



SKRIPSI

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS KOBALT(II) DENGAN LIGAN (6E)-N²-((E)-2-(6- AMINOPIRIDIN-2-ILIMINO)-1,2- DIFENILETILIDIN)PIRIDIN-2,6-DIAMINA

ANDIKA PUTRI NINGTYAS
NRP 1412100017

Dosen Pembimbing
Dr. Fahimah Martak, M.Si

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



SCRIPT

SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COBALT(II) COMPLEX WITH (6E)-N²-((E)-2-(6- AMINOPYRIDINE-2-YLIMINO)-1,2- DIPHENYLETHYLIDINE)PYRIDINE-2,6-DIAMINE LIGAND

ANDIKA PUTRI NINGTYAS
NRP. 1412100017

Advisor
Dr. Fahimah Martak, M.Si

CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS KOBALT(II) DENGAN LIGAN (6E)-N²-(E)-2-(6- AMINOPIRIDIN-2-ILIMINO)-1,2- DIFENILETILIDIN)PIRIDIN-2,6-DIAMINA

SKRIPSI

Oleh :

ANDIKA PUTRI NINGTYAS
NRP. 1412 100 017

Surabaya, 8 Juni 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing,



Dr. Fahimah Martak, M.Si
NIP. 19660703 199102 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia,



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc
NIP. 19710616 199703 1 002

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Tugas Akhir berjudul **"Sintesis dan Uji Toksisitas Kompleks Kobalt(II) dengan Ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidin)piridin-2,6-diamina"** dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Pada kesempatan ini, penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Dr. Fahimah Martak, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
3. Suprpto, M.Si., Ph.D selaku dosen wali atas pengarahannya dalam pengambilan mata kuliah serta memberi dukungan dan semangat.
4. Prof. Dr. Taslim Ersam selaku Ketua Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir dapat terselesaikan tepat waktu.
5. Nenek (Ibuk) yang selalu memberikan dukungan sepenuhnya, semangat, motivasi, pengarahan dan selalu mendoakan tanpa henti hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan tepat waktu.
6. Tante yang selalu memberi dukungan materiil, motivasi dan doa hingga naskah Tugas Akhir dapat terselesaikan.
7. Mbah Mul, kakak dan sahabat SMA yang selalu memberi pengarahan dan motivasi.
8. Keluarga LAB *NPCS* yang selalu memberi dukungan dan pengarahan.

9. Teman-teman Kimia 2012 *SPECTRA* yang telah memberikan motivasi.
10. Dosen dan Karyawan Kimia yang telah membantu selama penelitian hingga terselesaikannya naskah Tugas Akhir.
11. Semua Laboran karakterisasi sampel yang telah membantu dalam pengujian sampel.
12. Semua orang yang telah membantu, memotivasi dan selalu mendoakan yang terbaik.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Tugas Akhir ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Tugas Akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 8 Juni 2016

Penulis

**SINTESIS DAN UJI TOKSISITAS KOMPLEKS
KOBALT(II) DENGAN LIGAN (6E)-N²-((E)-2-(6-
AMINOPIRIDIN-2-ILIMINO)-1,2-
DIFENILETILIDIN)PIRIDIN-2,6-DIAMINA**

Nama Mahasiswa : Andika Putri Ningtyas
NRP : 1412 100 017
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Pembimbing : Dr. Fahimah Martak, M.Si

ABSTRAK

Senyawa kompleks binuklir kobalt(II) dengan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina telah berhasil disintesis menggunakan metode refluks. Kristal yang diperoleh berwarna oranye dan berbentuk jarum kecil. Senyawa kompleks tersebut dapat menyerap warna pada panjang gelombang maksimum 460 nm. Hasil analisis menggunakan *elemental analyzer* dan AAS menunjukkan bahwa kompleks yang terbentuk memiliki rumus molekul $[\text{Co}_2((6\text{E})-\text{N}^2-((\text{E})-2-(6\text{-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina})_2(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$. Rumus molekul juga didukung dengan data TGA yang menunjukkan dekomposisi air kristal pada suhu 105-120 °C. Spektrum FTIR menunjukkan puncak khas vibrasi C=N dan Co-N masing-masing pada bilangan gelombang 1658,84 cm⁻¹ dan 418,57 cm⁻¹. Uji toksisitas senyawa ini dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dan dihasilkan nilai toksisitas LC₅₀ sebesar 151,35 mg/L.

Kata Kunci : *senyawa kompleks Co(II), ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina, toksisitas*

**SYNTHESIS AND TOXICITY TEST OF COBALT(II)
COMPLEX WITH (6E)-N²-((E)-2-(6-AMINOPYRIDINE-2-
YLIMINO)-1,2-DIPHENYLETHYLIDINE)PYRIDINE-2,6-
DIAMINE LIGAND**

Name's Student	: Andika Putri Ningtyas
NRP	: 1412 100 017
Department	: Kimia FMIPA-ITS
Supervisor	: Dr. Fahimah Martak, M.Si

ABSTRACT

Binuclear cobalt(II) complex with (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopyridin-2-ylimino)-1,2-diphenylethylidene)pyridin-2,6-diamine ligand has been synthesized using reflux method. The orange crystal produced and had needle shaped. The max wavelength absorbed is 460 nm. Data analysis from *elemental analyzer* and AAS results show that molecular formula of complexes is $[\text{Co}_2((6\text{E})\text{-N}^2\text{-}((\text{E})\text{-2-(6-aminopyridin-2-ylimino)-1,2-diphenylethylidene)pyridin-2,6-diamine)}_2(\text{CH}_3\text{COO})_4]\cdot\text{H}_2\text{O}$. This molecular formula was supported by TGA analysis that show decomposition of crystal water molecule at 105-120 °C. The FTIR spectrum showed characteristic vibrations of C=N and Co-N at $\nu = 1658,84\text{ cm}^{-1}$ and $418,57\text{ cm}^{-1}$, respectively. Toxicity test was observed by *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) method and the LC₅₀ value is 151,35 mg/L.

Key Words : complex compound, cobalt(II), (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopyridin-2-ylimino)-1,2-diphenylethylidene)pyridin-2,6-diamine ligand, toxicity

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Rumusan Masalah	4
1.3.Tujuan Penelitian	5
1.4.Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Senyawa Piridin dan Turunannya	7
2.2 Ligan Turunan 2,6-diaminopiridin.....	8
2.3 Senyawa Kompleks Kobalt(II)	10
2.4 Kromatografi Lapis Tipis KLT)	11
2.5 Analisis dan Karakterisasi Komposisi	
Senyawa Kompleks	12
2.5.1 Analisis AAS Senyawa Kompleks	12
2.5.2 Analisis TGA Senyawa Kompleks	13
2.5.3 Analisis Spektroskopi NMR.....	15
2.5.4 Analisis Spektroskopi Massa	16
2.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks	17
2.6.1 Spektroskopi UV-Vis	17
2.6.2 Spektroskopi FTIR	18
2.7 Uji <i>Brine Shrimp Lethality Test</i> (BSLT)	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Alat dan Bahan.....	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Penelitian	21

3.2.1 Sintesis Ligan (<i>I</i>)	21
3.2.2 Sintesis Kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	22
3.3 Analisis dan Karakterisasi Ligan dan Senyawa Kompleks	23
3.3.1 Karakterisasi dengan Spektroskopi FTIR	23
3.3.2 Analisis Spektroskopi NMR	23
3.3.3 Analisis <i>Mass Spectroscopy</i> (MS)	23
3.3.4 Karakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis	24
3.3.5 Analisis <i>Atomic Absorption Spectroscopy</i>	24
3.3.6 Analisis Unsur C, H dan N	25
3.3.7 Analisis TGA	25
3.4 Uji Toksisitas BSLT	25
3.4.1 Penetasan Telur Benur Udang <i>Artemia Salina</i>	25
3.4.2 Persiapan Larutan Kompleks	25
2.4.3 Uji Toksisitas	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan (<i>I</i>)	27
4.2 Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (<i>I</i>)	40
4.3 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks Co(II)	40
4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Kompleks Co(II)	40
4.3.2 Karakterisasi FTIR Senyawa Kompleks Co(II)	41
4.3.3 Analisis Penentuan C, H dan N dalam Senyawa Kompleks Co(II)	43
4.3.4 Analisis AAS Senyawa Kompleks Co(II)	44
4.3.5 Analisis TGA Senyawa Kompleks Co(II)	46
4.3.6 Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)].(\text{CH}_3\text{COO})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	48
4.4 Uji Toksisitas dengan Metode BSLT	49
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN	61
BIODATA PENULIS	81

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A61

LAMPIRAN B63

LAMPIRAN C65

LAMPIRAN D66

LAMPIRAN E.....68

LAMPIRAN F.....69

LAMPIRAN G70

LAMPIRAN H72

LAMPIRAN I.....78

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Piridin	7
Gambar 2.2	Resonansi Senyawa Piridin	8
Gambar 2.3	Struktur Senyawa 2,6-diaminopiridin.....	8
Gambar 2.4	Struktur Senyawa (H₂L)	10
Gambar 2.5	Kurva Larutan Standar Logam Kobalt	13
Gambar 2.6	Kurva TGA Senyawa Co(BIK) ₂ Cl ₂ (merah) dan Ni(BIK) ₂ Cl ₂ (biru)	14
Gambar 4.1	Reaksi Pembentukan Ligan (I).....	28
Gambar 4.2	KLT Produk dan Prekursor.....	29
Gambar 4.3	A KLT Tiga Eluen Ligan (I).....	30
Gambar 4.3	B KLT 2D Ligan (I)	30
Gambar 4.4	Ligan (I) Hasil Sintesis	30
Gambar 4.5	Ligan (I) dengan Perbesaran 40x	30
Gambar 4.6	Spektrum FTIR Ligan (I)	31
Gambar 4.7	Spektrum ¹ H NMR Ligan (I)	33
Gambar 4.8	Posisi dan Jenis Proton Ligan (I)	34
Gambar 4.9	Spektrum ¹³ C NMR Ligan (I)	35
Gambar 4.10	Posisi dan Jenis Proton Ligan (I)	36
Gambar 4.11	Spektrum MS Ligan (I).....	38
Gambar 4.12	Kristal Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)	40
Gambar 4.13	Kristal Kompleks Co(II) dengan Ligan (I) Perbesaran 40x	40
Gambar 4.14	Spektra UV-Vis Larutan Kompleks Co(II) dan Larutan Ion Co(II)	41
Gambar 4.15	Spektrum FTIR Kompleks	42
Gambar 4.16	Kurva Larutan Standar Logam Kobalt	45
Gambar 4.17	Kurva TGA Kompleks	47
Gambar 4.18	Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks.....	49
Gambar 4.19	Kurva BSLT	51

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Nilai Toksisitas Senyawa 2,6-diaminopiridin	9
Tabel 2.2 Data Absorbansi Larutan Standar Kobalt(II)	12
Tabel 2.3 Data Referensi NMR	16
Tabel 2.3 Tabel Daerah Serapan Gugus Fungsi	19
Tabel 4.1 Data FTIR Ligan (<i>I</i>) Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis	32
Tabel 4.2 Data ¹ H NMR Ligan (<i>I</i>) Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis	34
Tabel 4.3 Data ¹³ C Ligan (<i>I</i>) Hasil Sintesis	36
Tabel 4.4 Data FTIR Kompleks Co(II) dengan Ligan (<i>I</i>)	43
Tabel 4.5 Data Komposisi C, H dan N dalam Kompleks Co(II) dengan Ligan (<i>I</i>)	44
Tabel 4.6 Data Absorbansi Co dalam Larutan Sampel	45
Tabel 4.7 Perbandingan Kadar Ion Co(II) Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis	46
Tabel 4.8 Data Hasil TGA.....	48
Tabel 4.9 Hasil Uji BSLT.....	51

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

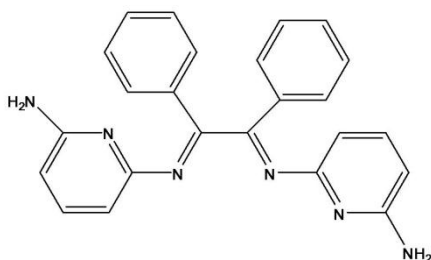
Dalam beberapa tahun ini senyawa basa *Schiff* menarik perhatian para peneliti. Hal ini karena senyawa basa *Schiff* mempunyai peran utama dalam bidang kimia koordinasi sebagai ligan. Senyawa basa *Schiff* mempunyai kelebihan yaitu mudah direaksikan dengan logam transisi, mempunyai sifat pembeda dengan senyawa lain serta strukturnya yang bervariasi (Viswanathamurthi, 2006). Selain itu, ligan senyawa basa *Schiff* juga mempunyai peran penting dalam bidang fisiologis dan aktivitas farmakologi. Senyawa kompleks basa *Schiff* memiliki aktivitas biologis yang bagus sebagai antimikroba terhadap bakteri (Ren dkk., 2002), jamur dan dapat digunakan sebagai obat serta dapat menghambat pertumbuhan penyakit tumor (Dospil, 2001).

Piridin dengan ciri khas adanya atom N (nitrogen) yang terikat di dalam cincin merupakan salah satu senyawa basa *Schiff* yang banyak dikaji dalam literatur karena perannya sangat penting dalam sistem biologi (Kallen dkk., 1985). Hasil reaksi kondensasi basa *Schiff* antara aldehid dan aminopiridin sangat menarik dan menjanjikan karena efektif sebagai *kemoterapi* (Singh dkk., 2009). Piridin mempunyai senyawa turunan seperti senyawa 2,6-diaminopiridin, 2,4-diaminopiridin, 3,4-diaminopiridin dan 2,3,6-triaminopiridin. Senyawa 2,6-diaminopiridin merupakan senyawa turunan piridin yang sering dikaji (Gudasi dkk., 2006).

Nilai toksisitas senyawa 2,6-diaminopiridin (2,6-dap) adalah 200 µg/L terbukti dapat menghambat pertumbuhan *Salmonella typhimurium* TA98 (Sugimura dkk., 1982). Senyawa 2,6-diaminopiridin juga mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Escherichia coli* WP2 *uvra* (JETOC, 1997). Adanya gugus aromatik pada turunan 2,6-diaminopiridin dapat

meningkatkan nilai aktivitas biologi senyawa tersebut (Goswami dan Arvind, 2012).

Senyawa (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (**I**) merupakan salah satu senyawa turunan piridin yang mengandung gugus aromatik. Senyawa tersebut membentuk kompleks dan memiliki aktivitas antibakteri telah dilaporkan oleh (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015). Hasil uji aktivitas antibakteri menunjukkan senyawa (**I**) mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Basilus subtilis* sebesar 5 µg/mL (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015).



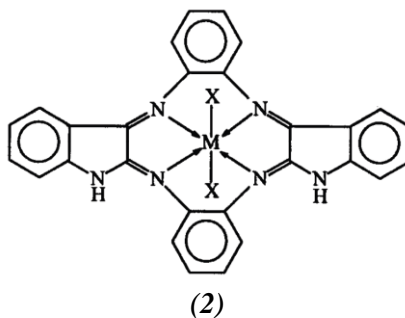
(**I**)

Senyawa turunan piridin yang lain yaitu 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin yang digunakan sebagai ligan. Senyawa tersebut telah diuji toksisitasnya terhadap sel kanker kolon (HCT-15). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa senyawa mempunyai nilai IC₅₀ sebesar 65,1 µM. Senyawa tersebut juga dapat berkoordinasi dengan logam Co(II) dan telah dilakukan uji toksisitas terhadap sel kanker kolon (HCT-15). Nilai IC₅₀ kompleks Co(II) dengan ligan 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin sebesar 45,6 µM. Nilai IC₅₀ kompleks ini lebih rendah dibanding dengan ligan tersebut. Hal ini menunjukkan bahwa adanya logam Co(II) menyebabkan suatu

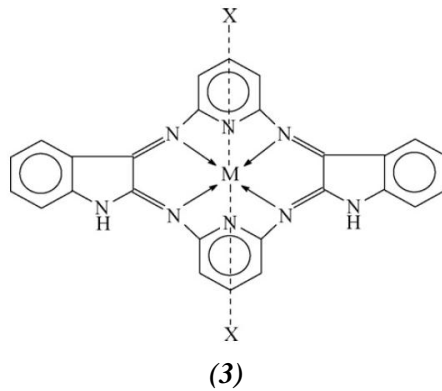
senyawa menjadi lebih toksik dan efektif untuk aktivitas antikanker (Bulit dkk., 2015).

Logam kobalt merupakan salah satu logam yang dibutuhkan dalam tubuh manusia. Fungsi utama kobalt yaitu sebagai membran transport dalam sel darah manusia (Lison and Lauwerys, 1994). Beberapa penelitian tentang senyawa kompleks yang telah dilaporkan, ion kobalt(II) mampu menghambat pertumbuhan bakteri dan jamur (Simonsen dkk., 1999).

Senyawa kompleks dengan ion Co(II) (2) mempunyai nilai hambatan paling tinggi terhadap pertumbuhan bakteri *B. megaterium* yaitu sebesar $64 \mu\text{g}/\text{cm}^3$. Struktur senyawa kompleks (2) dengan $\text{M} = \text{Co(II)}$, Ni(II) , Cu(II) , Zn(II) (Singh dkk., 2011).



Telah dilaporkan pula nilai MIC (*Minimum Inhibitory Concentration*) senyawa kompleks Co(II) (3) yaitu $>128 \mu\text{g}/\text{mL}$. Nilai MIC tersebut menunjukkan kompleks Co(II) memiliki aktivitas biologis yang baik dalam menghambat pertumbuhan bakteri *Bacillus subtilis* (MTCC 121) dibanding dengan senyawa kompleks lain. Pada struktur kompleks (3) dengan $\text{M} = \text{Co(II)}$, Ni(II) , Cu(II) , Zn(II) , dan Cd(II) dan $\text{X} = \text{NO}_3^-$, Cl^- , dan CH_3COO^- (Singh dkk., 2010).



Kompleks Co(II) dengan ligan albendazol dilaporkan menunjukkan aktivitas antikanker HeLa yang lebih tinggi dibanding dengan kompleks Zn(II). Nilai IC_{50} kompleks Co(II) sebesar 36 $\mu\text{g/mL}$ sedangkan untuk kompleks Zn(II) adalah 100 $\mu\text{g/mL}$ (Sandoval dkk., 2008).

Berdasarkan latar belakang tersebut maka pada penelitian ini disintesis kompleks logam kobalt(II) dengan ligan (6E)- N^2 -(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (**I**). Hasil sintesis senyawa ini dikarakterisasi dan dihitung nilai toksisitasnya dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap benur udang *Artemia salina*. Kompleks tersebut diharapkan mempunyai nilai toksisitas yang lebih bagus daripada penelitian sebelumnya (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015).

1.2 Permasalahan

Metode dan hasil sintesis turunan 2,6-diaminopiridin ((6E)- N^2 -(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (**I**) telah dilaporkan oleh Jayalakshmi dan Rajavel, (2015). Berdasarkan latar belakang di atas, diketahui bahwa ligan 2,6-Bis(2,6-dietilfeniliminometil)piridin mempunyai nilai IC_{50} yang tinggi terhadap sel kanker kolon (HCT-15). Dengan adanya logam

Co(II) nilai IC_{50} tersebut dapat diturunkan dan lebih efektif digunakan untuk aktivitas antikanker kolon (HCT-15) (Bulit dkk., 2015). Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan sintesis ligan (*I*) menggunakan metode refluks dengan waktu 180 menit dan dilakukan sintesis kompleks Co(II) dengan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin)piridin-2,6-diamina menggunakan metode refluks serta dilakukan pengujian toksisitas dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Dengan penambahan logam Co(II) diharapkan menghasilkan kompleks yang mempunyai nilai LC_{50} yang lebih bagus daripada penelitian sebelumnya (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015).

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu :

1. Untuk mendapatkan hasil sintesis ligan (*I*) menggunakan metode refluks.
2. Untuk mendapatkan hasil sintesis senyawa kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) menggunakan metode refluks.
3. Untuk mendapatkan formula kompleks hasil sintesis.
4. Untuk mendapatkan nilai LC_{50} dari kompleks hasil sintesis dengan uji *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) .

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan terutama dalam bidang sintesis senyawa kompleks dengan ligan senyawa turunan piridin. Hasil uji toksisitas dari senyawa kompleks tersebut dapat bermanfaat dalam bidang kimia obat dan farmasi.

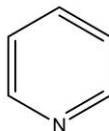
"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa Piridin dan Turunannya

Senyawa piridin merupakan salah satu senyawa organik aromatik heterosiklik cincin enam yang terdiri dari lima atom karbon dan satu atom nitrogen. Piridin mempunyai rumus molekul C_5H_5N . Piridin tidak dapat larut dalam air, namun dapat larut dalam semua pelarut organik (Lide, 2009). Atom nitrogen yang berada di tengah cincin piridin menjadi ciri khas adanya pasangan elektron bebas. Struktur piridin dengan pasangan elektron bebas dapat dilihat pada Gambar 2.1. Piridin mempunyai sifat kimia seperti amina tersier yaitu bersifat basa dan mempunyai nilai pK_a sebesar 5,25 (Krygowski dkk., 2005).



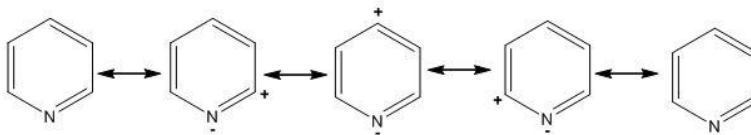
Gambar 2.1 Struktur Piridin

Piridin digolongkan senyawa aromatik karena setiap atom cincinnya memiliki orbital p tegak lurus pada bidang cincin yang memungkinkan terjadinya delokalisasi elektron π . Aturan Huckel menyatakan syarat senyawa aromatik adalah mempunyai elektron π sebanyak $4n+2$, dimana n merupakan senyawa jumlah elektron π , menurut aturan ini cincin bersifat aromatik jika mempunyai elektron π sebanyak 6, 10, atau 14, selain itu semua elektron π dalam senyawa aromatik harus berpasangan (Joule dan Mills, 2010). Resonansi senyawa piridin dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Piridin dapat terprotonasi melalui reaksi dengan asam. Piridin berperan sebagai basa lewis yang dapat mendonorkan pasangan elektron bebas kepada asam lewis, oleh karena itu

piridin dan turunannya dapat digunakan sebagai ligan dalam senyawa koordinasi (Mendham dkk., 2000).

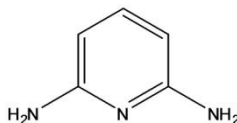
Piridin digunakan sebagai pelarut dan digunakan sebagai obat yang dapat menghambat pertumbuhan bakteri dan virus (Ogunniran dkk., 2008).



Gambar 2.2 Resonansi Senyawa Piridin

2.2 Ligan Turunan 2,6-diaminopiridin

Senyawa 2,6-diaminopiridin (2,6-dap) merupakan salah satu senyawa turunan piridin yang mempunyai ciri khas dua gugus NH_2 yaitu pada atom C nomor 2 dan atom C nomor 6 dalam cincinnya. Struktur piridin dapat dilihat pada Gambar 2.3, sifat fisik dan sifat kimia senyawa 2,6-diaminopiridin sebagai berikut :



Gambar 2.3 Struktur Senyawa 2,6-diaminopiridin(2,6-dap) (Lewis, 2002)

rumus molekul	: $\text{C}_5\text{H}_7\text{N}_3$
berat molekul	: 109,130 gram/mol
bentuk	: kristal
warna	: abu-abu kehitaman
bau	: sangat menyengat

2,6-dap mempunyai titik didih 285°C dan dapat larut dalam etanol, metanol, aseton (Lewis, 2002).

Telah dilaporkan oleh EXOTOC, (2003) bahwa senyawa 2,6-diaminopiridin bersifat toksik terhadap beberapa hewan laut. Data hasil uji toksisitas disajikan pada Tabel 2.1. Senyawa 2,6-diaminopiridin mempunyai sifat toksik yang lebih tinggi dibanding senyawa turunan piridin yang lain misalnya 2,4-diaminopiridin dan 3,4-diaminopiridin. Hal ini disebabkan jarak antara gugus amina (NH_2) dengan gugus amina yang lain terhalang oleh efek sterik atom nitrogen piridin (Walker, 2003).

Tabel 2.1 Nilai Toksisitas Senyawa 2,6-diaminopiridin

Organisme	Waktu Kontak	Dosis Toksik ($\mu\text{g/L}$)
Oncorhynchus kisutch (Silver salmon)	24 jam	1000
Oncorhynchus tshawytscha (Chinook salmon)	24 jam	500
Ptychocheilus oregonensis (Northern Squawfish)	24 jam	250

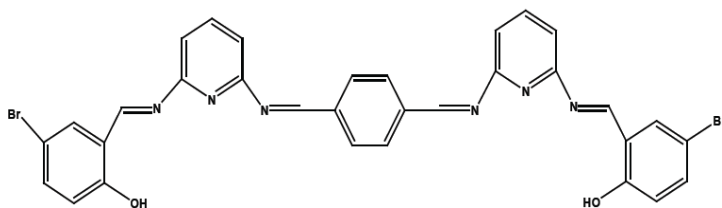
(ECOTOX, 2003).

Gugus amino yang terletak pada posisi 2 dan 6 pada cincin piridin mempunyai peran yang sangat penting dalam senyawa kompleks. Senyawa kompleks akan distabilkan oleh adanya ikatan hidrogen yang dibentuk oleh gugus amino. Oleh karena itu, gugus amino bisa berfungsi sebagai ligan. Hal ini karena gugus amino dapat mendonorkan elektron dari orbital δ kepada orbital π kosong logam sehingga dapat membentuk ikatan koordinasi (Janiak, 2000).

Senyawa kompleks dengan ligan turunan 2,6-diaminopiridin telah banyak diteliti. Kompleks Cu(II) dengan ligan 2-amino-6-metilpiridin telah dilaporkan. Hasil dari sintesis kompleks diperoleh kristal berwarna ungu dengan rendemen

sebesar 70%. Senyawa kompleks tersebut telah diuji bioaktivitas antijamur spesies *Trametes versicolor*. Hasil yang didapat menunjukkan kompleks tersebut mempunyai nilai inhibisi (kemampuan dalam menghambat pertumbuhan jamur) sebesar 28% (Kozlevčar dkk., 2004).

Penelitian lain dengan prekursor 2,6-diaminopiridin dan turunan aldehid (**H₂L**) telah dilaporkan. Senyawa tersebut telah dilakukan uji aktivitas antibakteri *Eschericia coli*. Struktur senyawa (**H₂L**) ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur Senyawa (**H₂L**)

Senyawa (**H₂L**) mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Eschericia coli* pada konsentasi 100 ppm sebesar 15 %. Aktivitas antibakteri senyawa tersebut mengalami peningkatan menjadi 24 % setelah ditambah dengan ion kobalt(II). Hal ini menunjukkan bahwa ion kobalt(II) mampu meningkatkan aktivitas biologi pada senyawa kompleks (Usharani dkk., 2013).

2.3 Senyawa Kompleks Kobalt(II)

Kobalt merupakan logam transisi golongan VIII B, mempunyai nomor atom 27 dan massa atom 58,9332 g/mol. Kobalt berwarna abu-abu seperti baja dan bersifat sedikit magnetis serta melebur pada suhu 1490 °C (Greenwood dan Earnshaw, 1984). Kobalt mudah larut dalam asam-asam encer dan mempunyai bilangan oksidasi +2 dan +3, tetapi bilangan oksidasi +2 relatif lebih stabil (Cotton dan Wilkinson, 1988).

Konfigurasi elektron kobalt adalah $[\text{Ar}] 3d^7 4s^2$, sedangkan konfigurasi elektron ion kobalt(II) adalah $[\text{Ar}] 3d^7 4s^0$. Ion kobalt(II) banyak digunakan sebagai atom pusat dalam senyawa koordinasi. Atom pusat berfungsi sebagai penerima pasangan elektron bebas dari ligan. Kemampuan suatu ion logam untuk berikatan dengan sejumlah ligan dinyatakan oleh bilangan koordinasinya. Kuat ikatan ion kobalt(II) dengan ligan mampu meningkatkan aktivitas biologi suatu senyawa. Oleh karena itu banyak peneliti yang mensintesis senyawa kompleks dengan ion kobalt(II) (Cotton dkk., 1995).

Kompleks kobalt(II) dengan ligan [(2-hidroksi-5-nitrobenzil)(2-(piridil-2il)etil)imina (**N4**) berhasil disintesis oleh Souza dkk., (2011). Kompleks tersebut diperoleh dari perbandingan mol logam : mol ligan 1:2 dalam 20 mL etanol dan direfluks selama 3 jam. Kristal berwarna merah tua yang dihasilkan direkristalisasi menggunakan aseton dan diperoleh rendemen sebesar (236 mg, 30%). Hasil kristal selanjutnya diuji toksisitas terhadap sel tumor *melanoma* (B16F10) dengan nilai IC_{50} sebesar 65 μM .

2.4 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan cara pemisahan campuran senyawa menjadi senyawa murninya dan mengetahui kuantitasnya yang digunakan. KLT juga merupakan analisis yang cepat dimana hanya memerlukan bahan sangat sedikit, baik penyerap maupun cuplikannya. Data yang diperoleh dari KLT adalah nilai R_f yang berguna untuk identifikasi senyawa. Nilai R_f untuk senyawa murni dapat dibandingkan dengan nilai R_f dari senyawa standar. Nilai R_f dapat didefinisikan sebagai jarak yang ditempuh oleh senyawa dari titik asal dibagi dengan jarak yang ditempuh oleh pelarut dari titik asal, oleh karena itu bilangan R_f selalu lebih kecil dari 1,0 (Gritter dkk., 1991).

2.5 Analisis dan Karakterisasi Komposisi Senyawa Kompleks

2.5.1 Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) atau Spektroskopi Serapan Atom adalah metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam yang didasarkan pada absorpsi cahaya oleh atom. Setiap atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan sifat unsurnya, misalnya logam kobalt (Co) mampu menyerap cahaya pada panjang gelombang 346,58 nm (Khopkar, 2003). Prinsip yang digunakan pada spektrofotometer ini yaitu larutan cuplikan disalurkan dan kemudian dibakar dengan api sehingga cuplikan berubah menjadi gas atom-atomnya. Api tersebut akan mengandung atom-atom dari cuplikan. Beberapa atom akan tereksitasi dan beberapa lainnya tetap berada pada *ground state*. Atom-atom pada keadaan *ground state* ini dapat menyerap radiasi dengan panjang gelombang tertentu yang dihasilkan oleh sumber sinar. Panjang gelombang yang diberikan sama dengan panjang gelombang yang diserap atom dalam api. Alat ini menggunakan prinsip absorbansi yang mengikuti hukum Beer. Komponen utama yang terdapat pada alat ini yaitu sumber sinar, sumber api, sebuah monokromator dan sebuah detektor (Hendayana, 1994).

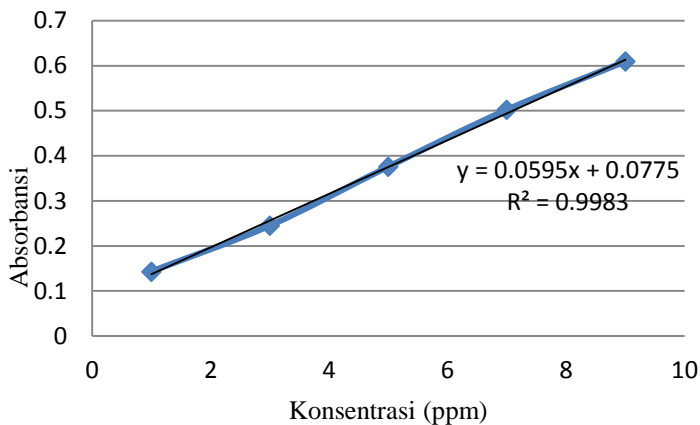
Data yang diperoleh dari AAS adalah konsentrasi (mg/L), absorbansi dari larutan standar logam dan absorbansi senyawa yang diuji. Contoh tabel data absorbansi larutan standar kobalt(II) disajikan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Data Absorbansi Larutan Standar Kobalt(II)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,1430
3	0,2449
5	0,3758
7	0,5023
9	0,6069

(Gudasi dkk., 2006).

Berdasarkan data absorbansi yang diperoleh tersebut, dibuat kurva kalibrasi larutan standar dan didapatkan persamaan regresi linier pada Gambar 2.5.



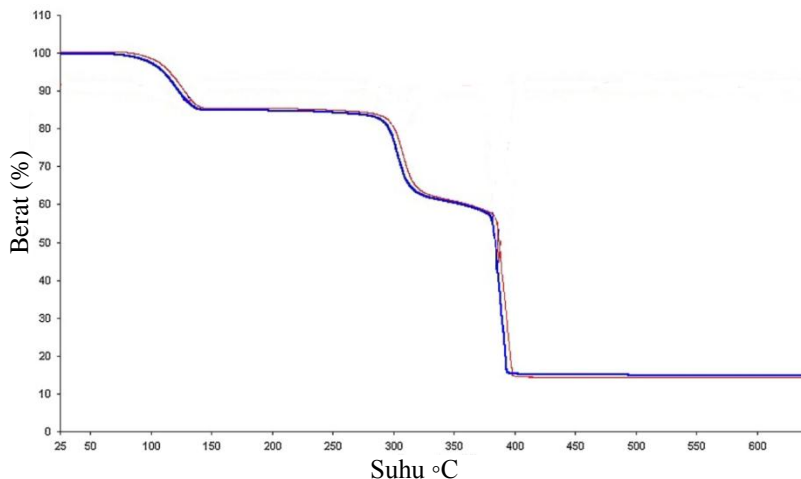
Gambar 2.5 Kurva Larutan Standar Kobalt(II) (Gudasi dkk., 2006).

Berdasarkan grafik di atas diperoleh persamaan [$Abs = 0,0595K + 0,077$] dan $r = 0,998$. Dari persamaan tersebut dapat diketahui kadar logam kobalt dalam kompleks Co(II)-Pirazinamida yaitu $9,35 \pm 0,10 \%$ (Gudasi dkk., 2006).

2.5.2 Thermo Gravimetry Analysis (TGA)

Thermo Gravimetry Analysis (TGA) merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk mengukur perubahan berat suatu material berdasarkan perubahan suhu (Skoog dkk., 1997). Analisis TGA ini dilakukan dengan meletakkan cuplikan pada suatu tempat (*crucible*) dan kemudian dimasukkan ke dalam pemanas elektrik yang dilengkapi dengan *thermocouple* untuk mengukur suhu. Kondisi saat analisis dialiri gas inert untuk mencegah oksidasi atau reaksi lain yang tidak diinginkan. Komputer digunakan untuk mengontrol instrumen. Analisis

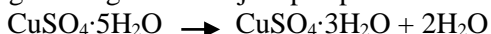
dilakukan melalui peningkatan suhu secara bertahap dan dihasilkan kurva dengan membuat plot antara berat (sumbu y) dengan suhu (sumbu x) (Reutzel-Edens, 2004). Contoh kurva TGA ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Kurva TGA Senyawa $\text{Co}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (merah) dan $\text{Ni}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (biru)

Gambar 2.6 merupakan kurva TGA pada senyawa $\text{Co}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (merah) dan $\text{Ni}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (biru), (BIK= bis(1-metilimidazol-2-il)keton). Dari kurva di atas diketahui bahwa pada suhu 110-150 °C senyawa $\text{Co}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (merah) kehilangan massa sebesar 13,9 % merupakan senyawa hidrat. Pada tahap kedua suhu 250-300 °C terjadi pelepasan massa sebesar 23,2% $(\text{CH}_3)_4$. Pada suhu di atas 400 °C tidak terjadi perubahan massa sehingga tersisa massa Co-O sebesar 13,8 %. Hal tersebut karena logam kobalt mempunyai titik lebur pada suhu 1495 °C. Berdasarkan hasil TGA terbukti bahwa senyawa $\text{Co}(\text{BIK})_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ mengandung air kristal (Materazzi dkk., 2012). Air kristal merupakan air yang terjebak di dalam kristal.

Air kristal akan terlepas bila dilakukan pemanasan di atas suhu 100 °C. Adapun contoh dekomposisi termal air kristal pada kristal $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Pada suhu 30-70 °C terjadi pelepasan air pada permukaan kristal yang dapat menguap pada suhu di bawah titik didih air. Pada suhu tersebut terjadi penurunan berat sebesar 0,341 mg dimungkinkan terjadi pelepasan 2 molekul air.



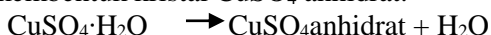
Penurunan berat kembali teramati pada suhu 132,3 °C terjadi penurunan berat sebesar 0,420 mg. Hal ini karena terjadi pelepasan molekul air dalam kristal. Sehingga terdekomposisi kembali :



Pada suhu 239,4 °C terjadi penurunan berat sebesar 0,180 mg karena terjadi pelepasan molekul air dari lapisan dalam kristal akibat pemanasan tinggi. Sehingga terdekomposisi kembali :



Penurunan berat kembali teramati pada suhu 331 °C terjadi penurunan berat sebesar 0,703 mg. Hal ini karena terjadi pelepasan molekul air dari lapisan dalam kristal akibat pemanasan tinggi membentuk kristal CuSO_4 anhidrat.



Melalui reaksi dekomposisi tersebut diperoleh penurunan berat total sebesar 0,703 mg (3,05 %) dari berat awalnya akibat pelepasan molekul air (Habashi dan Shahreer, 1976).

2.5.3 Analisis spektroskopi NMR

Spektroskopi *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) adalah instrumen yang digunakan dalam penentuan struktur senyawa organik. Spektroskopi ini dapat memberi informasi mengenai berbagai jenis atom hidrogen dan karbon dalam molekul. Spektrum NMR juga memberikan informasi tentang lingkungan kimia atom H dan C, jumlah atom H dan C dalam setiap lingkungan dan struktur gugus yang berdekatan dengan setiap atom H dan C (Yadav, 2005).

Spektroskopi NMR didasarkan pada penyerapan panjang gelombang radio oleh inti-inti tertentu dalam molekul organik jika molekul tersebut berada dalam medan magnet yang kuat. Prinsip NMR yaitu jika sampel yang mengandung ^1H atau ^{13}C ditempatkan dalam medan magnet akan timbul interaksi antara medan magnet luar dengan medan magnet inti. Berdasarkan prinsip NMR frekuensi gelombang elektromagnet yang diserap ditentukan oleh kekuatan magnet dan jenis inti yang diamati. (Yadav, 2005). Data referensi hasil ^1H NMR senyawa (6E)-N²-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildidin)piridin-2,6-diamina (**I**) dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Data Referensi NMR

Senyawa	Pergeseran Kimia (ppm)
(6E)-N ² -(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildidin)piridin-2,6-diamina (I)	4,7 (2H, NH ₂)
	7,56-7,52 t (1H, piridin)
	7,93-7,92 d (2H, piridin)
	7,7-7,6 t (5H, benzilidenimin)

(Jayalakshmi dan Rajavel, 2015)

2.5.4 Analisis *Mass Spectroscopy* (MS)

Mass Spectroscopy (MS) atau spektroskopi massa merupakan suatu teknik analisis berdasarkan pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dengan muatan dan pengukuran intensitas dari berkas ion-ion tersebut. Prinsip dasar spektroskopi massa adalah molekul sampel ditembak dengan elektron berenergi tinggi (70 eV) yang menyebabkan lepasnya satu elektron dari kulit valensi molekul tersebut (Garry, 1971). Ion molekul, ion fragmen dan ion radikal fragmen dipisahkan menggunakan medan magnet sesuai dengan perbandingan massa/muatannya (m/z) dan menghasilkan arus

listrik (arus ion) pada detektor yang sebanding dengan kelimpahan relatifnya. Fragmen dengan m/z yang besar akan turun terlebih dahulu diikuti fragmen dengan m/z yang lebih kecil. Praktikel netral (tidak bermuatan) yang dihasilkan dalam fragmentasi tidak terdeteksi secara langsung dalam spektrometer massa (Larry, 1988).

Spektroskopi massa senyawa 8-Oxoprotoberberin (**F1**) telah dilaporkan. Spektroskopi massa menunjukkan puncak molekul ion m/z 351. Puncak ion molekul $[M]^+$ ganjil ($m/z = 351$) menginformasikan bahwa dalam struktur (**F1**) terdapat atom nitrogen (-N-) dalam hitungan ganjil (1, 3, 5, 7, dst) pengertian ini dikenal dengan istilah *Nitrogen Rules* (Silverstein dan Websters, 1998).

2.6 Karakterisasi Senyawa Kompleks

2.6.1 Spektroskopi UV-Vis

Prinsip dasar dari spektroskopi UV-Vis adalah adanya interaksi cahaya atau radiasi yang dilewatkan terhadap suatu senyawa pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Radiasi elektromagnetik UV- Vis akan mengenai senyawa yang menyebabkan elektron-elektron di dalam molekul akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi dengan menyerap sejumlah energi. Ketika suatu radiasi UV-Vis dilewatkan larutan uji maka sebagian cahaya tersebut akan diabsorpsi oleh larutan.

Berdasarkan hukum Lambert Beer's, secara kuantitatif absorpsi dinyatakan sebagai:

$$A = \log I_0/I_t = \epsilon \cdot b \cdot C$$

dimana, A	= Absorbansi
I_0	= Intensitas radiasi sebelum melewati sampel
I_t	= Intensitas radiasi setelah melewati sampel
ϵ	= Koefisien ekstingsi
b	= Jarak cahaya yang melewati sampel (cm)
C	= Konsentrasi larutan sampel (mol/L)

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk penentuan panjang gelombang maksimum dari larutan ion Co(II) dan kompleks. Spektrum UV-Vis ligan BIK (bis(1-metilimidazol-2-il)keton) memiliki panjang gelombang maksimum (λ) sebesar 318 nm. Spektrum UV-Vis kompleks Co(BIK)₂Cl₂ memiliki panjang gelombang maksimum (λ) sebesar 323 nm (Kealey dan Haines, 2002).

2.6.2 Spektroskopi FTIR

Spektroskopi inframerah adalah metode instrumentasi yang digunakan untuk menentukan gugus fungsi dari campuran, mengidentifikasi material dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Identifikasi senyawa dapat dilakukan karena adanya perbedaan struktur kimia dalam material. Pengukuran spektroskopi inframerah berlangsung pada daerah serapan antara 4000-400 cm⁻¹, tetapi dapat pula mencapai 50 cm⁻¹ yaitu dengan ditambahkan sumber sinar, optik dan detektor (Sibilia, 1996).

Spektroskopi inframerah termasuk jenis spektroskopi vibrasi. Spektroskopi ini mengukur serapan cahaya yang mengakibatkan vibrasi molekular baik ulur maupun tekuk. Vibrasi yang berbeda diakibatkan adanya perbedaan jumlah energi, frekuensi dan ikatan. Saat molekul menyerap radiasi inframerah, energi yang diadsorb menyebabkan kenaikan amplitudo getaran atom-atom yang terikat sehingga molekul yang bervibrasi akan tereksitasi (Hart, 1983).

Daerah serapan beberapa gugus fungsi pada prekursor dan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin)piridin-2,6-diamina (**I**). Adanya gugus fungsi yang berikatan dengan logam dapat diketahui pada daerah serapan *finger print* sekitar 450-375 cm⁻¹. Data daerah serapan beberapa gugus fungsi pada prekursor dan ligan (**I**) dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Tabel Daerah Serapan Gugus Fungsi (Jayalakhsmi dan Rajavel, 2015).

Gugus	Jenis senyawa	Daerah serapan (cm^{-1})
C=O	Karbonil	1750
CH sp^3	Alkana	2900
N-H	Amina	3500-3100
C-N	Amina	1180-1360
C-H	Aromatik	3000-3100, 675-870
C=C	Aromatik	1500-1600
N-O	Nitro	1600-1500 (tak simetris) 1390-1300 (simetris)
C=N	Imina	1690-1640
Co-N	Logam-N	450-375

2.7 Uji *Brine Shrimp Lethality* (BSLT)

Brine Shrimp Lethality Test merupakan salah satu metode uji toksisitas yang banyak digunakan dalam uji bioaktivitas dari bahan alam. Prinsip metode BSLT ini adalah sifat toksisitas senyawa bioaktif pada dosis tinggi yang diterapkan dengan menggunakan larva udang *Artemia salina*. Metode ini memiliki beberapa keunggulan yaitu mudah, cepat, murah dan pengerjaannya sederhana. Beberapa senyawa bioaktif yang telah berhasil diisolasi dan dimonitor dengan metode BSLT menunjukkan adanya korelasi terhadap uji spesifik antikanker sehingga metode ini banyak digunakan untuk pencarian senyawa antikanker baru (Meyer dkk., 1982). Uji bioaktivitas terhadap larva udang *Artemia salina* umumnya digunakan sebagai skrining awal untuk senyawa-senyawa yang diduga mempunyai aktivitas farmakologi seperti antikanker dan atitumor. Senyawa aktif dengan sifat bioaktiviats yang tinggi maupun rendah dapat diketahui dari nilai *Lethal Concentration* 50 % (LC_{50}). Nilai LC_{50} merupakan nilai yang menunjukkan konsentrasi zat toksik yang menyebabkan 50 % kematian hewan uji. Data mortalitas selanjutnya diolah dengan analisis probit yang dirumuskan oleh

Finney untuk menentukan nilai LC_{50} pada derajat kepercayaan 95 %. Suatu zat bersifat toksik jika nilai $LC_{50} < 1000 \mu\text{g/ml}$ untuk senyawa hasil ekstrak dan $< 200 \mu\text{g/ml}$ untuk suatu senyawa murni (Juniart, 2009).

Dalam uji BSLT *Artemia salina* dikatakan mati jika sudah tidak menunjukkan gerakan sama sekali pada saat pengamatan berlangsung (Colegate, 1993). Untuk mendapatkan nilai LC_{50} dihitung dahulu % mortalitas dengan persamaan:

$$\% \text{ mortalitas} = \frac{\text{jumlah kematian}}{\text{jumlah larva mati} + \text{larva hidup}} \times 100 \%$$

Selanjutnya dibuat grafik dengan log konsentrasi sebagai sumbu x terhadap % mortalitas sebagai sumbu y. Nilai LC_{50} didapatkan dari persamaan regresi linier $y = ax + b$. Nilai LC_{50} dapat ditentukan dengan memasukkan semua nilai ke dalam persamaan regresi sehingga dapat diketahui nilai x dari persamaan dan nilai antilog x merupakan nilai LC_{50} pada suatu senyawa (Juniart, 2009).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat refluks, peralatan gelas, pipet tetes, pipet ukur, plat KLT, kertas saring *whatman* 41, *hotplate*, *magnetic stirrer*, desikator dan neraca digital. Adapun peralatan instrumen yang digunakan untuk karakterisasi meliputi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) AA 600, Spektrofotometer UV/VIS Geneys 10S, Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) SHIMADZU 8400S, Spektrofotometer Massa QP2010. Peralatan yang lain seperti NMR Jeol 500, TGA STAR SW 10.00, analisis unsur C, H, N *flash* 2000 *elemental organic compounds* dan peralatan Uji Brine Shrimp Lethality Test (BSLT).

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan kimia dari Merk dan Sigma Aldrich yang mempunyai kemurnian pro analis (p.a) yaitu 2,6-diaminopiridin (2,6-dap), 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil), kobalt(II) diasetat tetrahidrat ($\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), etanol, metanol, *n*-heksana, etil asetat, metilen klorida, kloroform, aquades, H_2SO_4 pekat, HNO_3 pekat dan HCl 5 M. Uji toksisitas pada senyawa kompleks menggunakan air laut dan benur udang *Artemia salina*.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Sintesis Ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin)piridin-2,6-diamina (I)

Ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin)piridin-2,6-diamina (**I**) disintesis berdasarkan prosedur yang telah dilakukan oleh (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015) dengan beberapa modifikasi. Senyawa 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) sebanyak 0,21 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol

dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Asam sulfat sebanyak 3 tetes ditambahkan ke dalam larutan benzil etanolik dan dilanjutkan pengadukan hingga 20 menit. Senyawa 2,6-diaminopiridin sebanyak 0,22 gram (2 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan tetes per tetes. Campuran kedua larutan tersebut direaksikan dan disertai pengadukan pada suhu 78 °C selama 180 menit. Reaksi tersebut dimonitor menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) hingga diperoleh noda tunggal. Larutan berwarna coklat diuapkan pada suhu ruang selama 5 hari. Kristal murni disimpan dalam desikator selama 24 jam. Kristal tersebut selanjutnya diuji kemurniannya menggunakan KLT tiga eluen, KLT 2D dan diuji titik leleh serta dihitung hasil rendemen. Ligan (*I*) yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan ^1H , ^{13}C NMR serta Spektroskopi Massa.

3.2.2 Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (*I*)

Kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) disintesis menggunakan metoda langsung dengan perbandingan antara logam dan ligan adalah 1:1. Ligan (*I*) sebanyak 0,392 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Padatan garam $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,249 gram (1 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan secara tetes per tetes. Campuran kedua larutan tersebut direfluks pada suhu 78 °C selama 5 jam. Larutan berwarna oranye hasil refluks diuapkan pada suhu ruang selama 5

hari. Kristal berwarna oranye yang diperoleh ditimbang dan dihitung nilai rendemen. Kompleks Co(II) dengan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (*I*) yang diperoleh dianalisa lebih lanjut menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), C,H dan N unsur, AAS dan TGA serta uji toksisitas menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) dengan Benur Udang *Artemia Salina*.

3.3 Analisis dan Karakterisasi Ligan dan Senyawa Kompleks

3.3.1 Karakterisasi dengan Spektroskopi FTIR

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer FTIR Shimadzu 8400. Sampel yang diuji dalam bentuk padatan. Padatan sampel dibuat pelet dengan cara 1 mg sampel dicampur dengan 10 mg KBr. Campuran tersebut dimasukkan dalam *press holder* lalu ditekan hingga pelet menjadi tipis (0,01 - 0,05 mm). Sampel dalam bentuk pelet dimasukkan ke dalam alat Shimadzu 8400 dan ditunggu hingga spektrum FTIR muncul pada layar monitor.

3.3.2 Analisis Spektroskopi NMR

Sampel sebanyak 10 mg dilarutkan dalam 1 mL metanol. Larutan sampel metanolik tersebut dimasukkan ke dalam alat instrumen *magnetic* NMR dan ditunggu hingga spektra NMR muncul pada layar monitor.

3.3.3 Analisis *Mass Spectroscopy* (MS)

Disiapkan campuran asetonitril dan metanol dengan perbandingan 1:1. Campuran tersebut diambil sebanyak 50 mL dan ditambah aseton sebanyak 50 mL (larutan A). Sampel sebanyak 1 mg dilarutkan dalam 1 mL larutan A. Larutan sampel tersebut difiltrasi dengan ukuran 2 mikron. Filtrat dimasukkan ke dalam alat instrumen *Mass Spectrometer* dan hasil yang diperoleh berupa spektrum *m/z* pada sumbu x terhadap kelimpahan (%) pada sumbu y.

3.3.4 Karakterisasi dengan Spektroskopi UV-Vis

Disiapkan larutan $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan senyawa kompleks dengan konsentrasi sama 0,01 M dalam pelarut metanol. Kedua sampel tersebut dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada kisaran panjang gelombang 200-800 nm.

3.3.5 Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Disiapkan larutan standar dari garam $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 100 ppm yang dibuat dari 0,01 gram $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan ditambah 0,50 ml HCl 5 M serta aquades hingga volume 100 mL. Larutan dengan konsentrasi 100 ppm diencerkan menjadi 10 ppm. Larutan standar Co dengan konsentrasi 10 ppm diencerkan dengan variasi konsentrasi yaitu 0,1; 0,2; 0,5; 1; dan 2 ppm dengan cara diambil 0,5; 1,25; 2,5; 5; dan 10 mL larutan standar 10 ppm. Masing-masing sampel dimasukkan dalam labu takar 50 ml, kemudian masing-masing ditambahkan 0,50 ml HCl 5 M dan ditambah aquades sampai tanda batas untuk mendapatkan larutan dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,5; 1; dan 2 ppm. Larutan tersebut diukur absorbansinya dan dibuat kurva standar yaitu hubungan antara konsentrasi terhadap absorbansi.

Larutan kompleks dibuat sebesar 100 ppm. Sebanyak 0,01 gram kompleks dilarutkan dalam 1 ml HNO_3 pekat, lalu dimasukkan dalam labu takar 50 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Dibuat larutan kompleks 1 ppm dengan prinsip pengenceran dalam labu takar 50 ml kemudian diukur absorbansinya dengan alat AAS. Hasilnya dibandingkan dengan kurva standar yang telah dibuat dan dilakukan analisis kandungan logam Co(II) dalam sampel.

3.3.6 Analisis Unsur C, H dan N dalam Senyawa Kompleks

Alat untuk analisis C, H dan N dalam senyawa distandarisasi dahulu dengan *L-Cistina Standard* ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$, C= 29,99 %, H= 5,03 %, N= 11,66 %, S= 26,69 %, dan O= 26,53 %). Sebanyak 2,83 mg sampel ditempatkan dalam aluminium foil lalu ditambahkan vanadium oksida untuk menyempurnakan reaksi oksidasi. Sampel tersebut dimasukkan dalam pelat berlubang untuk dilakukan pembakaran dengan gas oksigen.

3.3.7 Analisis TGA

Analisis TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan kenaikan suhu 10 °C per menit dan digunakan gas nitrogen. Sebanyak 3-10 mg sampel diletakkan di cawan aluminium yang disuspensi dari timbangan analitik yang berada di luar *furnace*. Timbangan dalam keadaan nol dan wadah sampel dipanaskan menurut siklus panas yang telah ditentukan. Timbangan mengirimkan sinyal berat pada komputer sebagai penyimpanan berupa suhu sampel dan waktu. Hasil analisis yang diperoleh diplotkan suhu material referensi pada sumbu X terhadap sumbu Y sebagai fungsi berat.

3.4 Uji Toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

3.4.1 Penetasan Telur Benur Udang *Artemia Salina*

Disiapkan wadah untuk penetasan telur udang. Di salah satu sisi wadah diletakkan lampu. Di dalam wadah diisi dengan air laut. Dimasukkan telur udang ke dalam wadah dan lampu dinyalakan selama 48 jam untuk menetasakan telur. Larva udang yang hidup untuk diuji.

3.4.2 Persiapan Larutan Kompleks

Dibuat larutan stok kompleks dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 100 mL air laut. Ditambahkan sedikit metanol dalam sampel untuk melarutkan kompleks dan ditambahkan air laut hingga tanda batas labu ukur 100 mL. Dibuat pula larutan kompleks dengan konsentrasi 500 ppm, 250 ppm, 125 ppm, 62,5

ppm dan 25 ppm dengan prinsip pengenceran dari larutan stok 1000 ppm.

3.4.3 Uji Toksisitas

Disiapkan larutan kompleks yang akan diuji dengan konsentrasi 1000 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 125 ppm, 62,5 ppm dan 25 ppm masing-masing 100 μL dalam wadah uji. Dimasukkan 10 ekor larva udang ke dalam setiap konsentrasi larutan kompleks. Setiap konsentrasi larutan dilakukan tiga kali pengulangan. Disiapkan larutan kompleks 0 ppm (tanpa penambahan sampel) sebagai kontrol.

Larutan dibiarkan selama 24 jam kemudian dihitung jumlah larva yang mati dan masih hidup dari tiap lubang. Dari data yang didapat dihitung mortalitas dengan cara akumulasi mati dibagi jumlah akumulasi hidup dan mati (total) dikali 100 %. Grafik dibuat dengan log konsentrasi sebagai sumbu x terhadap % mortalitas sebagai sumbu y.

BAB IV

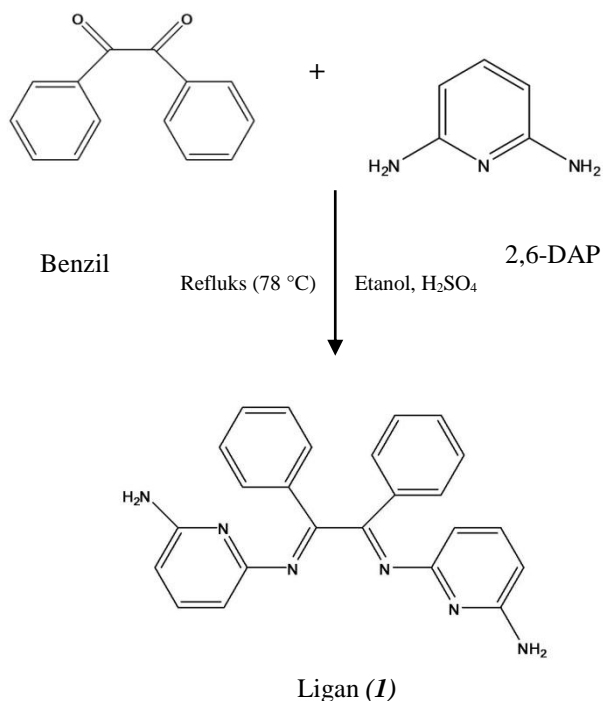
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis dan Karakterisasi Ligan (*I*)

Ligan (*I*) disintesis dari modifikasi prosedur kerja yang dilakukan sebelumnya (Jayalakshmi dan Rajavel, 2015). Sintesis ligan (*I*) mengikuti tahap mekanisme kondensasi antara 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) dengan 2,6-diaminopiridin (2,6-dap). Reaksi secara umum yang diusulkan untuk pembentukan ligan (*I*) disajikan pada Gambar 4.1.

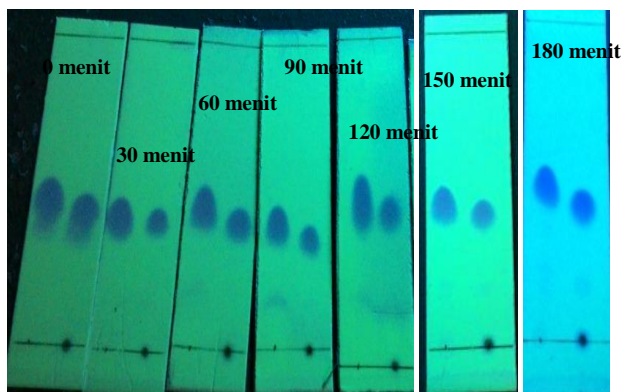
Padatan 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) berwarna kuning dilarutkan dalam etanol dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Pengadukan ini bertujuan agar benzil larut sempurna dalam etanol. Pada penelitian ini 1,2-difeniletana-1,2-dion (benzil) berfungsi sebagai penyedia gugus aromatik. Asam sulfat ditambahkan ke dalam larutan benzil etanolik dan direaksikan selama 20 menit. Asam sulfat berfungsi sebagai katalis untuk mempermudah pemutusan ikatan C=O. Padatan hitam keabu-abuan 2,6-diaminopiridin yang telah dilarutkan dalam etanol ditambahkan secara tetes per tetes. Penambahan secara tetes per tetes dimaksudkan agar reaksi merata. Senyawa 2,6-diaminopiridin disini berperan sebagai penyedia gugus amina. Setelah penambahan selesai, campuran kedua larutan tersebut direfluks pada suhu 78 °C selama 180 menit dan dimonitor menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) setiap 30 menit sekali. Monitor KLT bertujuan untuk melihat apakah produk telah terbentuk. Terbentuknya produk ditandai adanya noda tunggal pada plat KLT dan nilai R_f antara prekursor dan produk berbeda. KLT merupakan suatu metode pemisahan senyawa berdasarkan perbedaan distribusi dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fase diam yang digunakan dalam uji KLT ini adalah silika gel sedangkan fase geraknya (eluen) adalah larutan *n*-heksana dan kloroform dengan perbandingan 7:3. Noda yang dihasilkan dalam uji KLT menunjukkan noda tunggal. Hal tersebut berarti bahwa eluen yang digunakan sudah

sesuai karena noda yang dihasilkan tidak berekor (Harbone, 1987). Hasil monitoring KLT pada waktu selama 180 menit dapat dilihat pada Gambar 4.2.



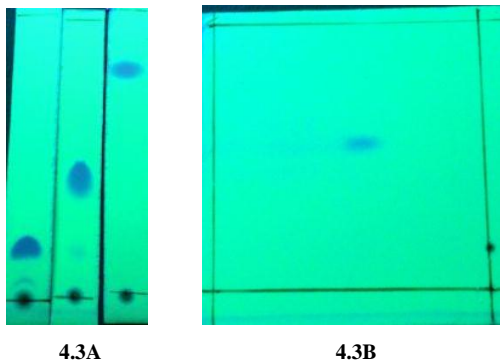
Gambar 4.1 Reaksi Pembentukan Ligan (*I*)

Hasil sintesis berupa larutan coklat tua. Larutan tersebut diuapkan pada suhu ruang selama 5 hari. Kristal murni dikeringkan dalam desikator selama 24 jam.



Gambar 4.2 KLT (noda kiri = benzil, noda kanan = produk)

Senyawa (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina murni yang didapat dengan rendemen sebesar 73,98 %. Perhitungan rendemen ditunjukkan pada Lampiran B. Ligan (*I*) yang didapat diuji kemurniannya menggunakan uji KLT tiga eluen (bawah, tengah dan atas) dan KLT 2D. Eluen yang digunakan uji KLT tiga titik noda adalah *n*-heksana 100 % (bawah), *n*-heksana:kloroform 7:3 (tengah) dan *n*-heksana:etil asetat 9:1 (atas). Eluen yang digunakan untuk uji KLT 2D adalah *n*-heksana:kloroform 7:3 dan *n*-heksana: metilen klorida 7:3. Hasil uji KLT tiga eluen dapat dilihat pada Gambar 4.3a dan hasil uji KLT 2D dapat dilihat pada Gambar 4.3b. Berdasarkan uji titik leleh, ligan (*I*) dapat leleh pada suhu 89-90°C. Ligan (*I*) hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.4. Kristal ligan(*I*) memiliki panjang rata-rata 387,7 μm dilihat menggunakan mikroskop dengan perbesaran 40x. Ligan (*I*) dengan perbesaran 40x dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.3A KLT Tiga Eluen Ligan (*I*) dan 4.3B KLT 2D Ligan (*I*)

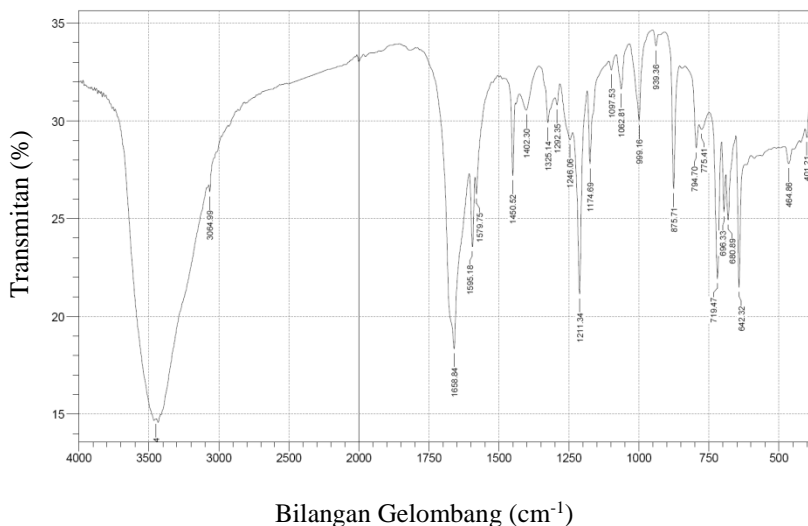


Gambar 4.4 Ligan (*I*) Hasil Sintesis



Gambar 4.5 Ligan (*I*) dengan Perbesaran 40x

Ligan (*I*) yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Hasil spektrum FTIR ligan (*I*) ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektrum FTIR Ligan (*I*)

Berdasarkan hasil spektrum FTIR pada Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa ligan (*I*) telah terbentuk. Hal ini ditunjukkan dengan tidak ada serapan gugus C=O benzil pada daerah bilangan gelombang 1750 cm⁻¹. Adanya serapan khas gugus C=N pada bilangan gelombang 1658,84 cm⁻¹ juga menandakan bahwa ligan (*I*) telah terbentuk. Gugus C=N dihasilkan dari reaksi kondensasi antara gugus NH₂ dan gugus C=O. Serapan khas *stretching* N-H amina sekunder muncul pada bilangan gelombang 3448,84 cm⁻¹. Bilangan gelombang tersebut diperkuat adanya serapan N-H yang muncul pada daerah *finger print* 794,7 cm⁻¹ dan 719,47 cm⁻¹. Serapan *stretching* CH-sekunder aromatik ditunjukkan pada bilangan gelombang 3064,99 cm⁻¹. Adanya gugus aromatik pada ligan (*I*) diperkuat oleh serapan *stretching* C=C yang muncul

pada bilangan gelombang 1595 cm^{-1} . Data FTIR ligan (**I**) hasil eksperimen dengan hasil teoritis disajikan pada Tabel 4.1.

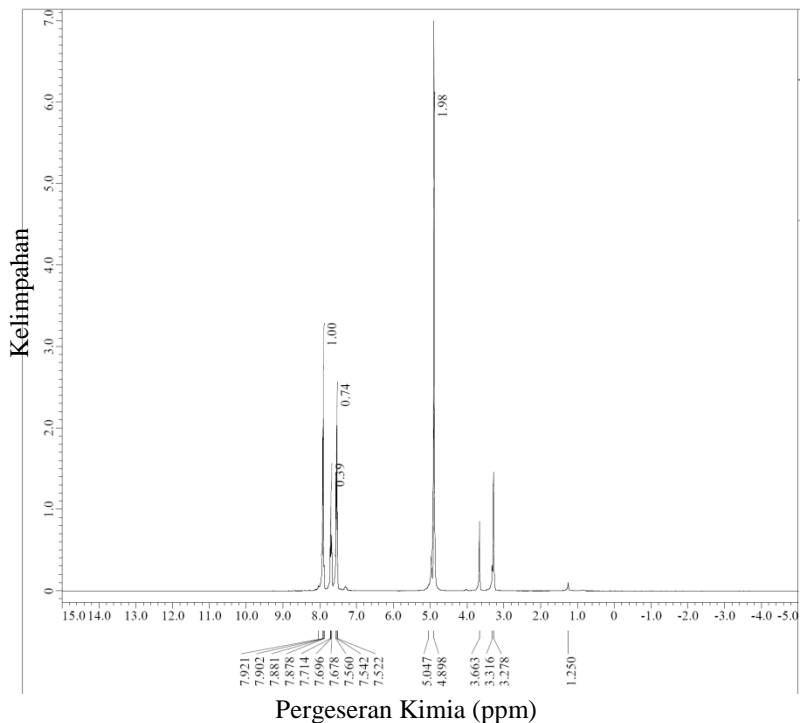
Tabel 4.1 Data FTIR Ligan (**I**) Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis

Gugus Fungsi	$\nu\text{ (cm}^{-1}\text{)}$ Hasil Eksperimen	$\nu\text{ (cm}^{-1}\text{)}$ Hasil Teoritis (Jayalaksmi dan Rajavel, 2015)
<i>Stretching</i> N-H amina sekunder	3448,84	3447
N-H pada daerah <i>finger print</i>	794,70; 719,47	797; 711
<i>Stretching</i> C=N	1658	1629
Gugus C=O benzil	-	-

Karakterisasi lain yang memperkuat ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletolidin)piridin-2,6-diamina telah berhasil disintesis adalah data ¹H dan ¹³C NMR. Spektrum ¹H NMR ligan (**I**) disajikan pada Gambar 4.7 dan spektrum ¹³C disajikan pada Gambar 4.9. Data ¹H NMR menunjukkan bahwa ligan (**I**) mempunyai 20 proton. Data ¹³C NMR menunjukkan bahwa adanya atom karbon yang berikatan dengan karbon ataupun atom nitrogen pada gugus aromatik maupun piridin. (Jayalakshmi and Rajavel, 2015).

Spektrum ¹H NMR pada Gambar 4.7 menunjukkan puncak singlet NH₂ dengan 2 proton (**A**) muncul pada pergeseran (δ) 4,898 ppm menunjukkan bahwa proton tersebut tidak memiliki tetangga. Pergeseran (δ) 7,560-7,522 ppm triplet (t) menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus piridin nomor 4 (**B**). Pergeseran (δ) 7,921-7,878 ppm menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus piridin nomor 3 dan 5 (**B**).

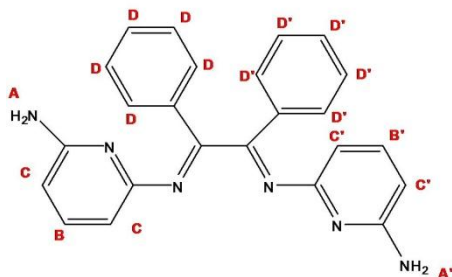
Puncak triplet (t) muncul pergeseran 7,714-7,678 ppm menunjukkan adanya proton yang terikat pada gugus benzilidenimin (**D**). Data ^1H NMR menunjukkan satu sisi struktur ligan (**I**), untuk menghasilkan struktur yang simetris jumlah proton dikali dua yaitu terdapat 20 proton. Data ^1H NMR ligan (**I**) hasil eksperimen dan hasil teoritis disajikan pada Tabel 4.2. Adapun posisi dan jenis proton disajikan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.7 Spektrum ^1H NMR Ligan (**I**)

Tabel 4.2 Data ^1H NMR Ligan (*I*) Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis

Proton	^1H NMR (metanol, $\delta(\text{ppm})$) Hasil Sintesis	^1H NMR ($\delta(\text{ppm})$) Teoritis (Jayalakshmi and Rajavel, 2015)
A	4,898 s (2H, NH_2)	4,7 s (2H, NH_2)
B	7,560-7,522 t (1H, piridin)	7,56-7,52 t (1H, piridin)
C	7,921-7,878 d (2H, piridin)	7,93-7,92 d (2H, piridin)
D	7,714-7,678 t (5H, benzilidenimin)	7,7-7,6 t (5H, benzilidenimin)

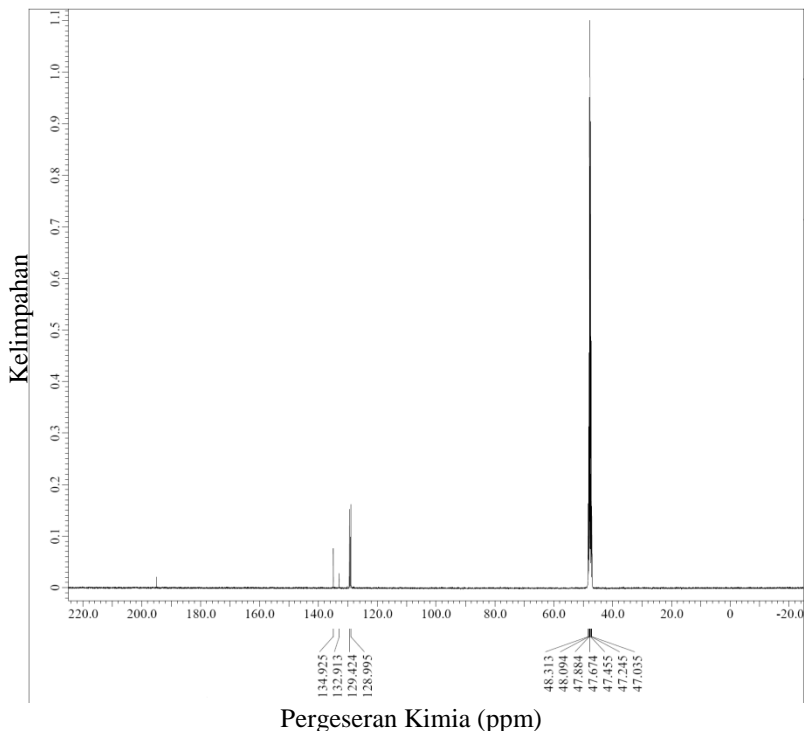


Gambar 4.8 Posisi dan Jenis Proton Ligan (*I*)

Berdasarkan Tabel 4.2 terdapat 4 jenis sinyal proton pada ligan (*I*). Hasil ini sesuai dengan struktur teoritis senyawa (6E)- N^2 -((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (*I*).

Ligan (*I*) selanjutnya dianalisis dengan ^{13}C NMR. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui banyaknya atom karbon yang terdapat pada senyawa tersebut. Hasil karakterisasi ^1H NMR dan ^{13}C NMR menunjukkan bahwa ligan (*I*) telah berhasil disintesis sesuai dengan prosedur yang telah dilakukan

sebelumnya. Spektrum ^{13}C NMR ligan (*I*) ditunjukkan pada Gambar 4.9.



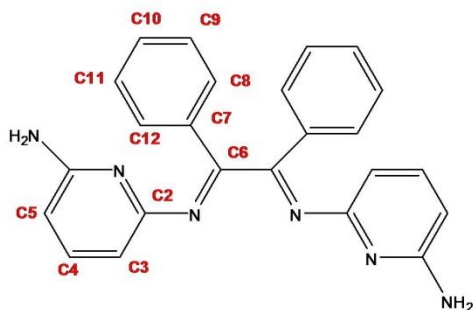
Gambar 4.9 Spektrum ^1H NMR Ligan (*I*)

Pergeseran (δ) 128,995 ppm menunjukkan adanya karbon yang terdapat pada gugus benzilidenimin ($\text{C}=\text{C}$). Pergeseran 129,424 ppm menunjukkan adanya karbon ($\text{C}=\text{N}$) pada gugus benzilidenimin. Ikatan ($\text{C}=\text{C}$) pada piridin ditunjukkan pada pergeseran 132,913 ppm. Pada pergeseran (δ) 134,925 ppm terdapat karbon ($\text{C}=\text{N}$) piridin. Nilai pergeseran kimia ^{13}C NMR gugus piridin lebih tinggi dibanding nilai pergeseran kimia ^{13}C NMR pada benzilidenimin. Hal ini karena pada gugus piridin

terdapat atom nitrogen di tengah cincin piridin serta adanya gugus amina yang terikat pada gugus piridin, sehingga menyebabkan nilai pergeseran kimia cenderung bergeser ke daerah *downfield*. Data lengkap mengenai jenis karbon dan pergeserannya ditunjukkan pada Tabel 4.3. Adapun posisi dan jenis karbon disajikan pada Gambar 4.10.

Tabel 4.3 Data ^{13}C NMR Ligan (*I*) Hasil Eksperimen

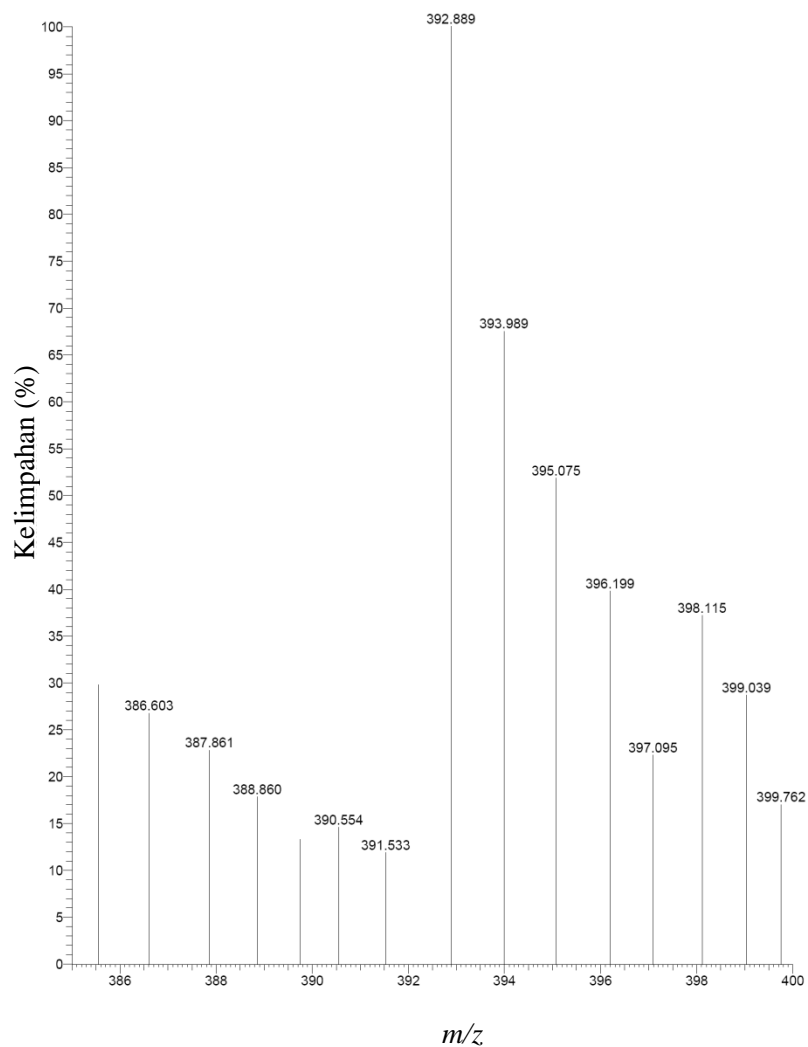
Karbon	Struktur Senyawa	^{13}C NMR $\delta(\text{ppm})$
C2	C=N Piridin	134,925
C3, C4, C5	C=C Piridin	132,913
C6	C=N Benzilidenimin	129,424
C7, C8, C9, C10, C11, C12	C=C Benzilidenimin	128,995



Gambar 4.10 Posisi dan Jenis Karbon Ligan (*I*)

Karakterisasi lain yang digunakan untuk mengetahui jumlah massa relatif ligan (6E)-N²-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina (*I*) yaitu *Analisis Mass Spectroscopy* (MS). Hasil analisis spektroskopi massa yang disajikan pada Gambar 4.11. Pada spektrum tersebut dapat

diketahui puncak molekul ion m/z sebesar 392,889 merupakan massa relatif ligan (**I**). Nilai m/z tersebut sesuai dengan perhitungan massa relatif secara teoritis. Ligan (**I**) jika ditembak dengan elektron +1, +3, +5, dan +7 muncul puncak molekul ion secara berturut-turut pada m/z 393.989, 395.075, 397.095 dan 399,039. Puncak ion molekul $[M]^+$ ganjil ($m/z = 393$) menginformasikan bahwa dalam struktur ligan (**I**) terdapat atom nitrogen (-N-) dalam hitungan ganjil (1, 3, 5, 7, dst), pengertian ini dikenal dengan istilah *Nitrogen Rules* (Silverstein dan Websters, 1998).



Gambar 4.11 Spektrum MS Ligan (*I*)

4.2 Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

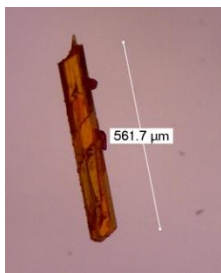
Sintesis kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) dilakukan dengan metode dengan perbandingan antara ligan dan logam adalah 1:1. Ligan (*I*) sebanyak 0,392 gram (1 mmol) dan 20 mL etanol dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga berukuran 250 mL (sebelumnya telah dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, termometer dan tutup labu). Campuran tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruang selama 5 menit. Pengadukan ini bertujuan agar ligan larut sempurna dalam etanol.

Padatan garam $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,249 gram (1 mmol) yang telah dilarutkan dalam 20 mL etanol ditambahkan secara tetes per tetes. Penambahan secara tetes per tetes bertujuan agar larutan etanolik logam dan etanolik ligan tercampur secara merata. Campuran kedua larutan tersebut direfluks pada suhu 78°C selama 5 jam. Reaksi dilakukan dengan menggunakan refluks bertujuan agar reaksi sintesis senyawa kompleks tetap terjaga meskipun dalam kondisi panas sehingga mol reaktan dan produk tetap konstan. Larutan oranye hasil refluks yang diperoleh didiamkan selama 5 hari pada suhu ruang.

Kristal kompleks berwarna oranye yang diperoleh kemudian diambil dan dikeringkan dalam desikator selama 24 jam. Rendemen kompleks yang diperoleh sebesar 72,24 %. Perhitungan rendemen ditunjukkan pada Lampiran B. Kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.12. Kristal kompleks memiliki panjang rata-rata 561,7 μm dilihat menggunakan mikroskop dengan perbesaran 40x. Kompleks dengan perbesaran 40x dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.12 Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)



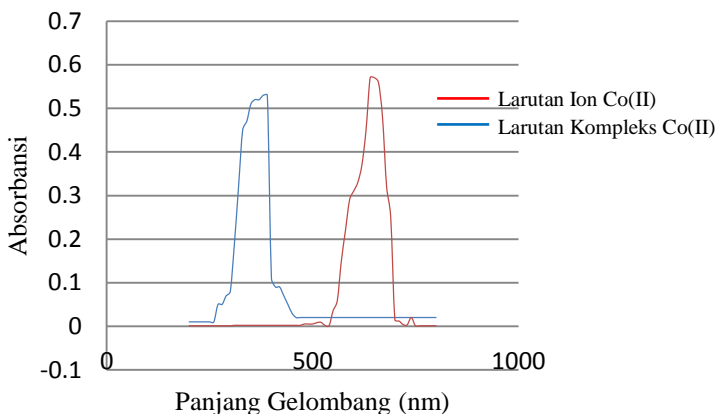
Gambar 4.13 Kompleks dengan Perbesaran 40x

4.3 Analisis dan Karakterisasi Senyawa Kompleks

4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*) Menggunakan UV-Vis

Senyawa kompleks dengan logam yang berbeda akan mempunyai panjang gelombang yang berbeda pula. Hal ini karena setiap logam mampu menyerap sinar ultraviolet maupun *visible* pada panjang gelombang tertentu. Adanya perbedaan panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa senyawa kompleks yang disintesis telah terbentuk (Alwathoni, 2011). Pada penelitian ini dilakukan analisis UV-Vis larutan ion kobalt(II) dan larutan senyawa kompleks dengan jarak panjang gelombang mulai 200 nm hingga 800 nm. Panjang gelombang maksimum pada larutan ion kobalt yaitu 640 nm. Larutan senyawa kompleks mampu menyerap sinar *visible* pada panjang gelombang

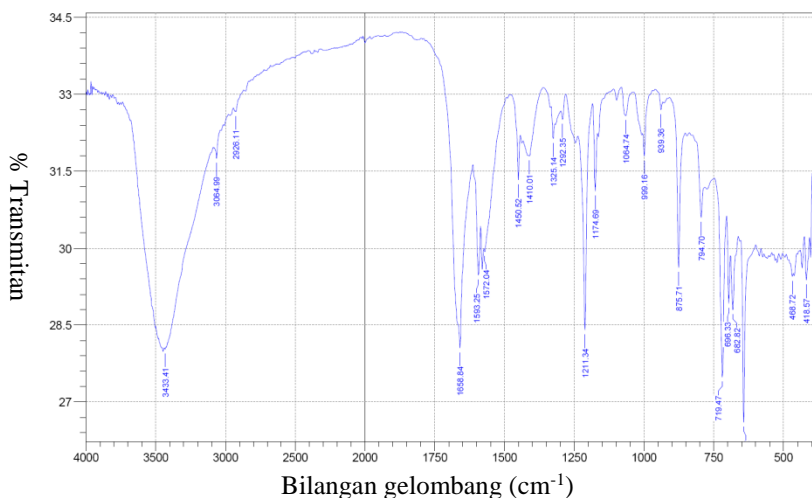
maksimum yang lebih rendah dari larutan ion Co(II) yaitu 460 nm. Pergeseran panjang gelombang maksimum tersebut dipengaruhi oleh adanya transfer muatan dari ligan ke logam (Varshney dkk., 1999). Spektra UV-Vis yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Spektra UV-Vis Larutan Ion Co(II) dan Senyawa Kompleks Co(II)

4.3.2 Karakterisasi FTIR Senyawa Kompleks

Pada karakterisasi FTIR, senyawa kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) diukur pada bilangan gelombang 4000-375 cm^{-1} . Spektra yang dihasilkan dapat digunakan untuk mengetahui adanya gugus fungsi dalam senyawa kompleks sehingga dapat memperkuat data sebelumnya dan dapat membantu untuk memprediksi struktur senyawa kompleks. Hasil spektrum FTIR senyawa kompleks Co(II) dengan ligan (*I*) ditunjukkan pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 Spektrum FTIR Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

Berdasarkan spektrum Gambar 4.15 dapat diketahui pada bilangan gelombang (ν) $3433,41 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus NH_2 dan OH serta diperkuat oleh serapan N-H muncul pada daerah *finger print* $794,7 \text{ cm}^{-1}$ dan $719,47 \text{ cm}^{-1}$. Puncak pada bilangan gelombang $3064,99 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan *stretching* C-H sekunder aromatik dan didukung puncak pada daerah *finger print* $875,71 \text{ cm}^{-1}$. Ciri khas adanya cincin aromatik didukung dengan munculnya puncak pada daerah serapan $1572,04$ dan $1450,52 \text{ cm}^{-1}$. Adanya serapan *stretching* C=N pada bilangan gelombang $1658,84 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan ciri khas dari ligan (*I*). Ikatan Co-N ditunjukkan pada puncak bilangan gelombang $500\text{-}330 \text{ cm}^{-1}$ (Nakamoto, 1986). Pada penelitian ini, ikatan Co-N muncul pada bilangan gelombang $418,57 \text{ cm}^{-1}$. Hal tersebut menunjukkan bahwa logam Co telah berikatan dengan

atom N pada ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin) piridin-2,6-diamina (**I**). Data dari spektrum FTIR disajikan dalam Tabel 4.7

Tabel 4.4 Data FTIR Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan (**I**)

Gugus Fungsi	ν (cm ⁻¹) Hasil Sintesis
<i>Stretching</i> N-H amina sekunder	3448,84
N-H piridin daerah <i>finger print</i>	794,70; 719,47
<i>Stretching</i> C=N benzilidenimin	1658
<i>Stretching</i> C-H sekunder aromatik	3064,99; 875,71
C=C aromatik	1572,04; 1450,52
Co-N piridin	418,57

4.3.3 Analisis Penentuan C, H dan N dalam Senyawa Kompleks

Analisis penentuan komposisi C, H dan N dalam kompleks menggunakan alat *elemental analyzer*. Penentuan komposisi unsur tersebut dapat memperkuat data spektroskopi FTIR. Data C, H dan N unsur senyawa kompleks hasil eksperimen dan hasil secara teoritis disajikan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Data komposisi C, H dan N Kompleks Hasil Eksperimen dan Hasil Teoritis

Rumus molekul	C (%)	H (%)	N (%)
Sampel	58,20	3,01	14,58
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})]$	59	4,22	14,76
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	58,14	2,95	14,53
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	57,25	3,07	14,31
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	57,15	3,11	15,39
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	55,54	5	13,89

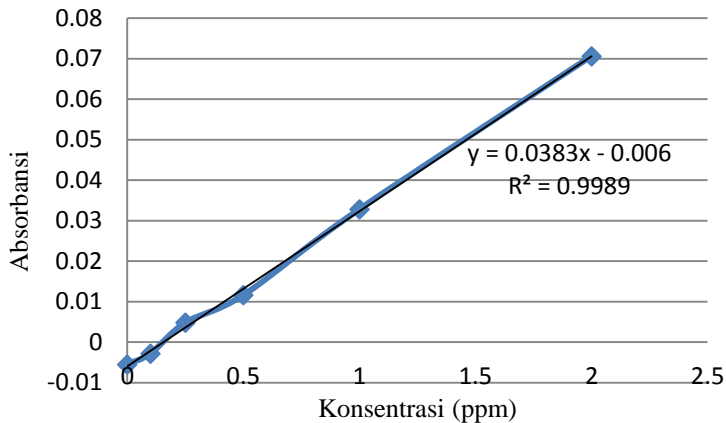
L = (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildidin)piridin-2,6-diamina (*I*)

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa prediksi rumus molekul kompleks mempunyai komposisi karbon, hidrogen dan nitrogen yang hampir sama. Dari perbandingan komposisi secara eksperimen dan teoritis, rumus molekul yang paling mendekati adalah $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Perhitungan komposisi secara teoritis disajikan pada Lampiran G.

4.3.4 Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

Analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) digunakan untuk mengetahui kadar logam kobalt dalam senyawa kompleks. Cuplikan yang dapat diukur oleh instrumen AAS dalam bentuk larutan. Senyawa kompleks yang diperoleh tidak dapat larut dalam aquades maupun aquademin sehingga senyawa kompleks tersebut harus didestruksi terlebih dahulu dalam larutan HNO_3 pekat. Selain itu, HNO_3 berfungsi sebagai pengawet dan menghilangkan pengotor yang terdapat dalam sampel. Larutan standar logam kobalt dibuat dengan cara melarutkan logam dalam HCl 5 M dan diencerkan aquades hingga diperoleh variasi konsentrasi 0,1 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm, dan 2 ppm. Perhitungan pembuatan larutan standar dan gambar kurva

kalibrasi dapat disajikan pada Lampiran H. Kurva larutan standar logam kobalt dapat dilihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Kurva Larutan Standar Logam Kobalt

Berdasarkan data kurva kalibrasi diperoleh persamaan linier $y = 0,038x - 0,006$. Nilai absorbansi logam kobalt dalam sampel dimasukkan sebagai fungsi x sehingga diperoleh konsentrasi unsur dalam sampel sebesar 0,2 ppm. Data absorbansi logam Co dalam larutan sampel disajikan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Data Absorbansi Kobalt dalam Larutan Sampel

Cuplikan	Absorbansi	Konsentrasi Co (ppm)
Sampel	0,0026	0,2

Dari hasil kurva kalibrasi dan data absorbansi dapat diketahui kadar ion logam Co(II) pada konsentrasi 1 ppm sebesar

10,20 %. Dengan membandingkan kadar ion logam hasil penelitian dengan hasil perhitungan secara teoritis yaitu sebesar 10,20 % dapat disimpulkan rumus molekul yang mendekati adalah $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Hasil kadar ion Co(II) hasil perhitungan secara teoritis disajikan pada Tabel 4.7.

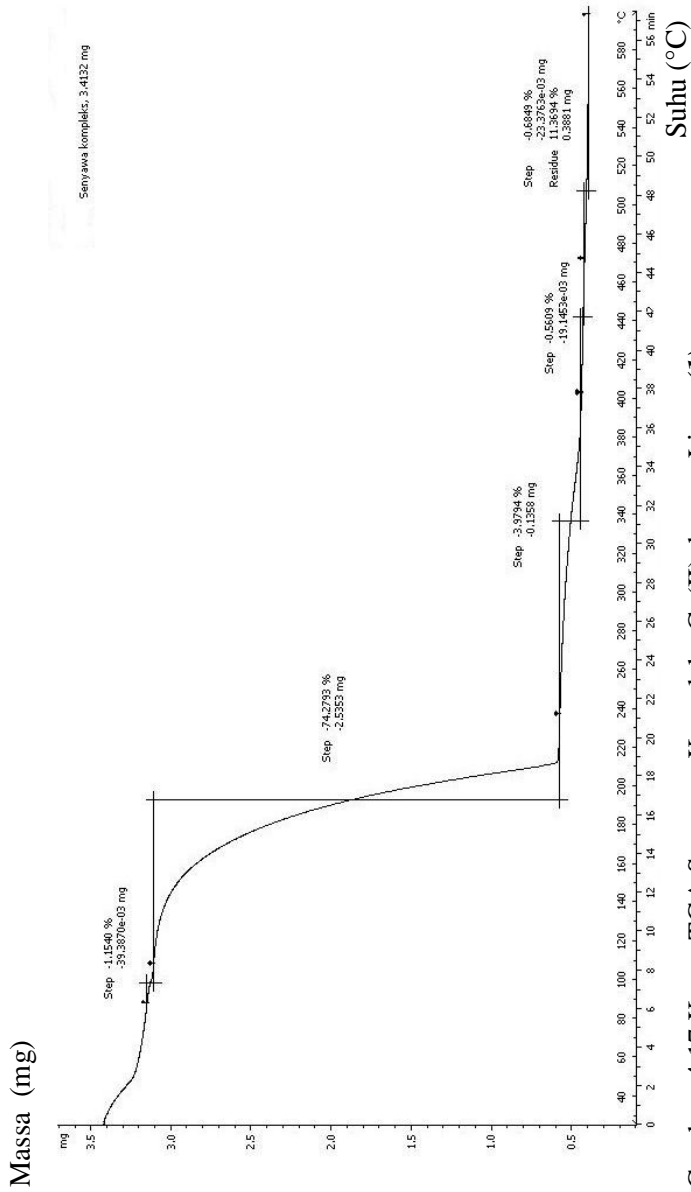
Tabel 4.7 Perbandingan Kadar Ion Co(II) Hasil Teoritis

Rumus Molekul	Mr (g/mol)	%Co Teoritis
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4]$	1137,86	10,36
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	1155,86	10,20
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1173,86	10,04
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1091,86	10,79
$[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	1209,86	9,74

L=(6E)-N²-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletalidinpiridin-2,6-diamina (**I**)

4.3.5 Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Thermal Gravimetric Analysis (TGA) digunakan untuk memperkirakan spesi yang terdekomposisi ataupun tersisa sehingga dapat memperkuat data rumus molekul yang telah diprediksi sebelumnya. TGA dilakukan pada suhu 20-600 °C dengan kenaikan suhu 10 °C/jam dan berat sampel mula-mula yaitu sebesar 3,4132 mg. Hasil analisis dapat ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Kurva TGA Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)

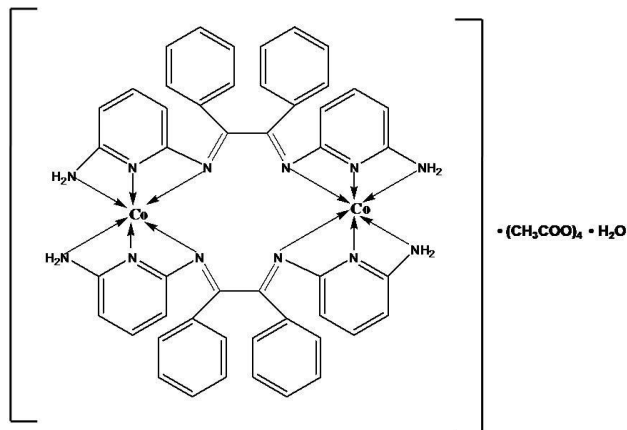
Berdasarkan hasil analisis tersebut dapat diketahui bahwa pada suhu 105-120 °C terjadi dekomposisi sebesar 1,15% yang menunjukkan adanya air kristal. Pada suhu 121-500 °C terjadi dekomposisi yang sangat drastis. Dekomposisi tersebut merupakan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletilidin)piridin-2,6-diamina dan asetat. Pada suhu 501 °C tidak terjadi perubahan massa. Berat yang tersisa sebesar 0,38 mg merupakan logam Co. Hal tersebut sesuai dengan prediksi rumus senyawa kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Data hasil TGA disajikan dalam Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Data Hasil TGA Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

Suhu (°C)	Berat Massa Terdekomposisi (%)	Cuplikan yang Terdekomposisi
105-120	1,15	H ₂ O
121-500	78,82	(L ₂)(CH ₃ COO) ₄

4.3.6 Perkiraan Struktur Kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$

Data C, H, N unsur dan AAS menunjukkan formula kompleks adalah $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Pergeseran spektrum FTIR pada gugus fungsi N-H dan C=N mengindikasikan bahwa gugus fungsi N-H dan C=N terkoordinasi pada Co²⁺. Adanya molekul H₂O didukung oleh data TGA yang mengindikasikan adanya hidrat. Dengan demikian rumus struktur kompleks diperkirakan $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$, dengan struktur seperti ditunjukkan pada Gambar 4.18.



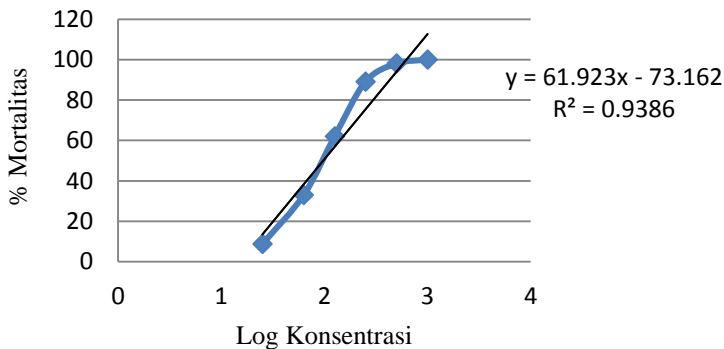
Gambar 4.18 Perkiraan Struktur Senyawa Kompleks $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$

4.4 Uji Toksisitas dengan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji toksisitas dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Pada uji tersebut digunakan larva *Artemia salina* sebagai hewan uji. Nilai LC_{50} senyawa kompleks yang dihasilkan menunjukkan sifat toksik senyawa uji. Nilai toksisitas tersebut diperoleh dari jumlah larva udang yang mati pada masing-masing konsentrasi larutan uji. Suatu larutan senyawa uji dapat dikatakan bersifat toksik jika nilai $\text{LC}_{50} < 1000$ ppm dan bersifat toksik jika nilai $\text{LC}_{50} < 200$ ppm untuk senyawa murni. (Meyer dkk., 1982).

Variasi konsentrasi yang digunakan dalam pengujian ini yaitu 25 ppm, 62,5 ppm; 125 ppm; 250 ppm; 500 ppm dan 1000 ppm. Pada masing-masing konsentrasi dilakukan pengujian sebanyak tiga kali (triplo). Pada uji BSLT digunakan larutan kontrol yang terdiri dari tiga lubang *microplate* dan masing-

masing lubang berisi 10 ekor larva udang *Artemia salina*, sedangkan pada larutan kontrol hanya diisi air laut tanpa larutan uji. Hasil uji BSLT terhadap sampel dengan variasi konsentrasi ditunjukkan pada Tabel 4.9. Selanjutnya dibuat grafik log konsentrasi terhadap % mortalitas yang ditunjukkan pada Gambar 4.19.



Gambar 4.19 Kurva BSLT Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

Berdasarkan Gambar 4.16 diperoleh nilai persamaan $y = 61,92x - 73,16$. Dari persamaan tersebut dapat diketahui nilai LC_{50} senyawa kompleks $[Co_2(L_2)(CH_3COO)_4] \cdot H_2O$ sebesar 151,35 ppm (Perhitungan terdapat pada Lampiran I). Semakin tinggi konsentrasi larutan uji, maka semakin tinggi mortalitas pada hewan uji. Hal ini sesuai dengan laporan Nurhayati, (2006) yang menyebutkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan maka sifat toksisitasnya akan semakin tinggi. Nilai LC_{50} senyawa kompleks $[Co_2(L_2)(CH_3COO)_4] \cdot H_2O$ menunjukkan kompleks tersebut bersifat toksik karena nilai LC_{50} yang diperoleh di bawah standar ketoksikan suatu senyawa yaitu 200 ppm.

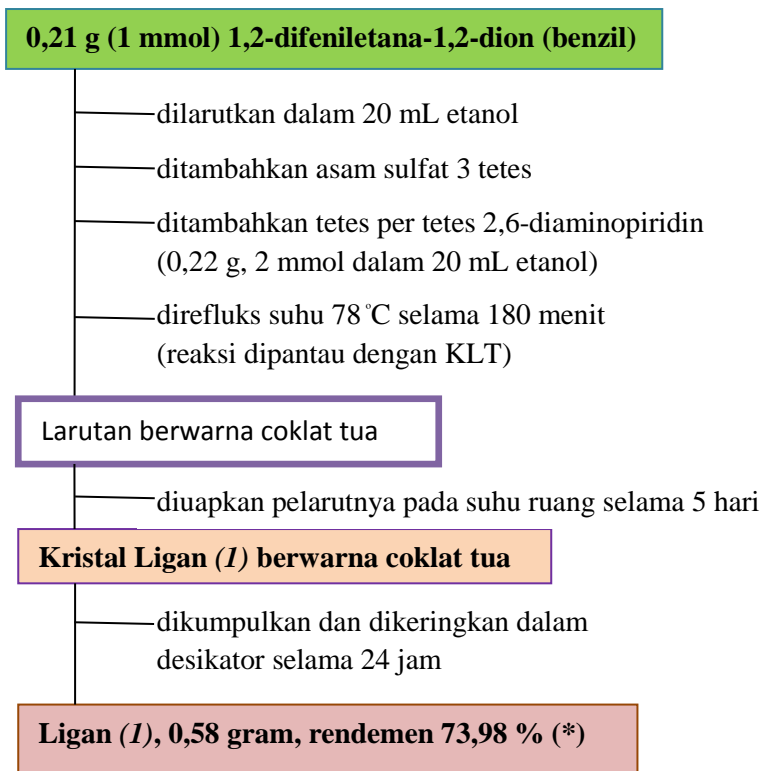
Tabel 4.9 Hasil Uji BSLT Senyawa Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi	Larva mati (triplo)	Larva hidup (triplo)	Rata-rata larva mati	Rata-rata larva hidup	AM	AH	Total	Rasio mati	Rasio hidup	Mortalitas (%)
25	1,4	1	9	2	8	2	20,67	22,67	0,08	0,92	8,8
		3	7								
		2	8								
62,5	1,8	4	6	4,33	5,67	6,33	12,67	19	0,33	0,67	33
		6	4								
		3	7								
125	2,1	5	5	5,33	4,67	11,66	7	18,66	0,62	0,38	62
		4	6								
		7	3								
250	2,4	9	1	8	2	19,66	2,33	21,99	0,89	0,11	89
		8	2								
		7	3								
500	2,7	9	1	9,67	0,33	29,33	0,33	29,66	0,98	0,02	98
		10	0								
		10	0								
1000	3	10	0	10	0	39,33	0	39,33	1	0	100
		10	0								
		10	0								

Keterangan Tabel 4.9 :	K	= Konsentrasi (ppm)
	LM	= Larva Mati (triplo)
	LH	= Larva Hidup (triplo)
	RLM	= Rata-rata Larva Mati
	RLH	= Rata- rata Larva Hidup
	AM	= Akumulasi Mati
	AH	= Akumulasi Hidup
	RM	= Rasio Mortalitas
	RH	= Rasio Hidup
	%M	= Mortalitas (%)

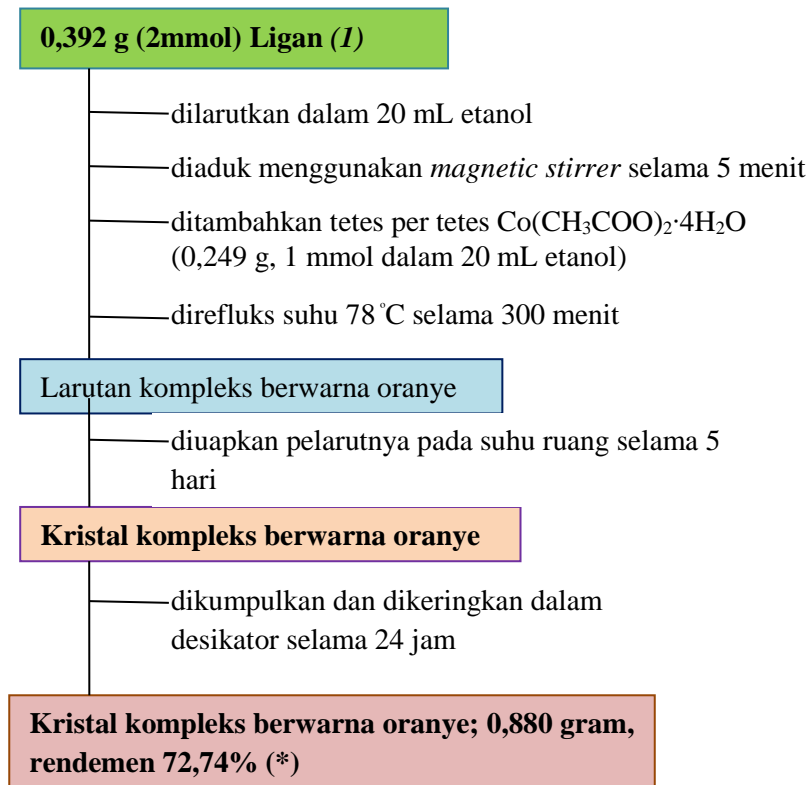
LAMPIRAN A

A. Skema Sintesis Ligan (*I*)



Keterangan : (*) = diuji kemurnian dengan KLT tiga eluen dan KLT 2D serta titik leleh. Ligan (*I*) diidentifikasi dengan spektrofotometer inframerah dan spektrofotometer ^1H NMR dan ^{13}C NMR serta Spektroskopi Massa

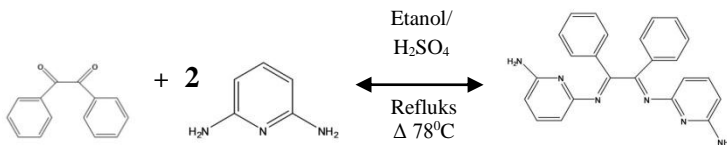
B. Skema Sintesis Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)



Keterangan : (*) = dilakukan identifikasi dengan spektrofotometer inframerah, UV-Vis, Analisis C,H dan N unsur, AAS, TGA dan uji toksisitas dengan metode BSLT

LAMPIRAN B

A. Rendemen Ligan (*I*)



m : 1 mmol	2mmol	-
r : 1 mmol	2 mmol	2 mmol
s : -	-	2 mmol

$$\begin{aligned}
 \text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol Ligan (I)} \times \text{Mr Ligan (I)} \\
 &= 0,002 \text{ mol} \times 392 \text{ g/mol} \\
 &= 0,784 \text{ g}
 \end{aligned}$$

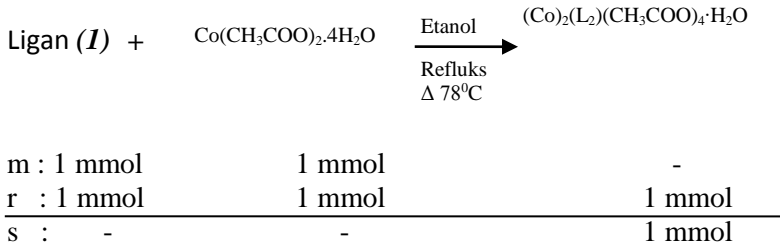
$$\text{Massa hasil percobaan} = 0,58 \text{ g}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,58}{0,784} \times 100\%$$

$$= 73,98 \%$$

B. Rendemen Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)



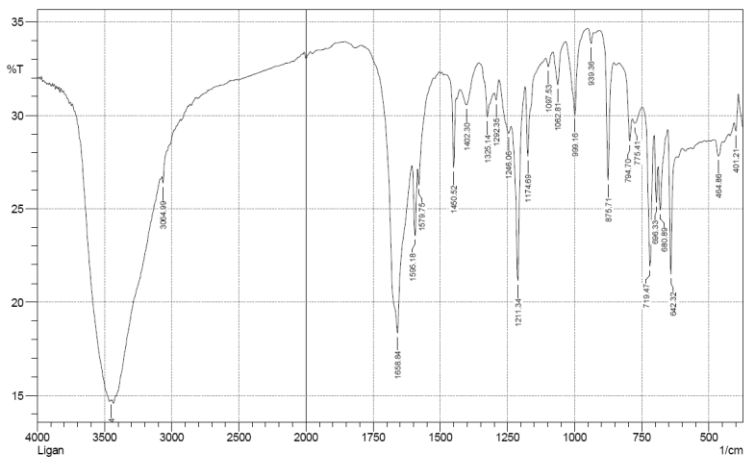
$$\begin{aligned} \text{Massa teoritis rendemen} &= \text{mol Kompleks} \times \text{Mr Kompleks Co(II)} \\ &= 0,002 \text{ mol} \times 1155,86 \text{ g/mol} \\ &= 2,3117 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa hasil percobaan} &= 1,67 \text{ g} \\ \% \text{ rendemen} &= \frac{\text{massa eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{1,67 \text{ g}}{2,3117 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 72,24 \% \end{aligned}$$

LAMPIRAN C

Spektrum FT-IR Ligan (*I*)

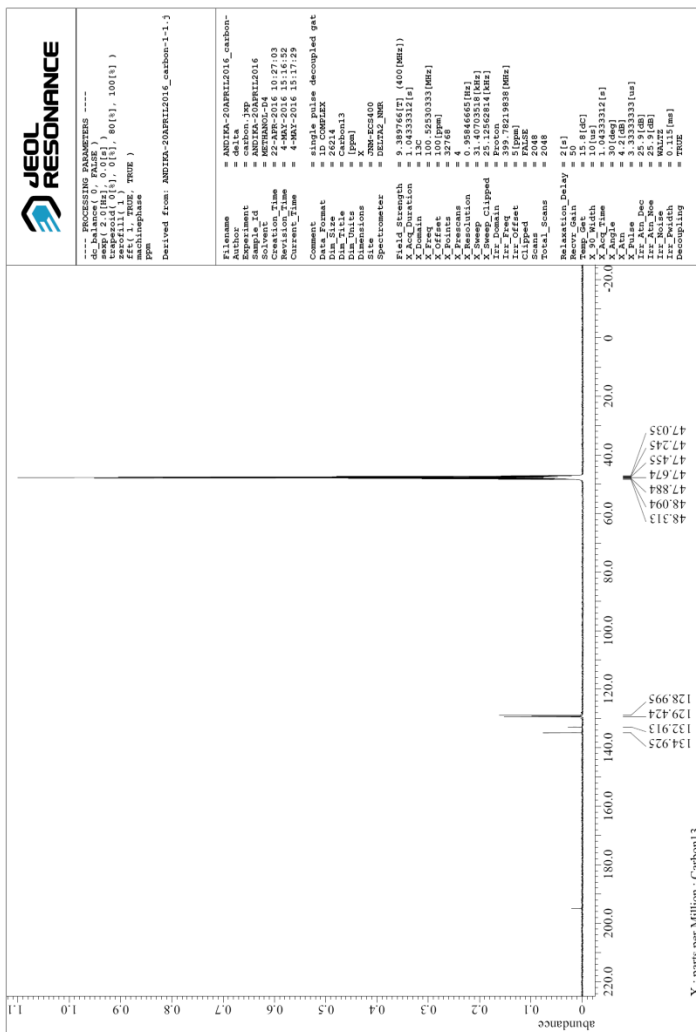
SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	401.21	29.153	1.019	406.99	391.56	8.132	0.142
2	464.86	27.821	0.803	480.29	451.36	15.886	0.169
3	642.32	21.482	7.244	651.96	621.1	18.138	1.272
4	680.89	24.926	2.765	688.61	653.89	19.529	0.488
5	696.33	25.336	2.607	704.04	690.54	7.768	0.289
6	719.47	21.91	7.459	748.41	705.97	24.135	1.71
7	775.41	29.565	0.41	785.05	750.33	18.199	0.109
8	794.7	28.612	1.666	833.28	786.98	23.411	0.216
9	875.71	26.529	6.913	908.5	856.42	25.865	1.242
10	939.36	33.838	0.689	950.94	929.72	9.872	0.075
11	999.16	30.008	4.234	1033.88	952.87	38.983	1.336
12	1062.81	31.623	1.974	1080.17	1033.88	22.291	0.402
13	1097.83	32.596	0.58	1107.18	1080.17	12.998	0.075
14	1174.69	27.792	3.955	1184.33	1109.11	37.682	0.782
15	1211.34	21.135	9.223	1234.48	1186.26	27.418	2.498
16	1246.06	29.03	0.912	1280.78	1236.41	23.217	0.38
17	1292.35	30.815	0.683	1300.07	1282.71	8.78	0.079
18	1325.14	29.905	2.005	1356	1300.07	28.177	0.48
19	1402.3	30.561	1.29	1425.44	1356	34.76	0.474
20	1450.52	27.199	3.861	1481.38	1442.8	19.763	0.443
21	1579.75	26.251	1.132	1583.61	1527.67	29.282	0.097
22	1595.18	23.566	3.64	1604.83	1585.54	11.528	0.62
23	1658.84	18.342	10.89	1778.43	1606.76	98.131	9.364
24	3064.99	26.371	0.633	3072.71	3034.13	21.732	0.047
25	3448.84	14.728	0.027	3452.7	3443.05	8.019	0.004

Gambar 1 Spektrum FTIR Ligan (*I*)

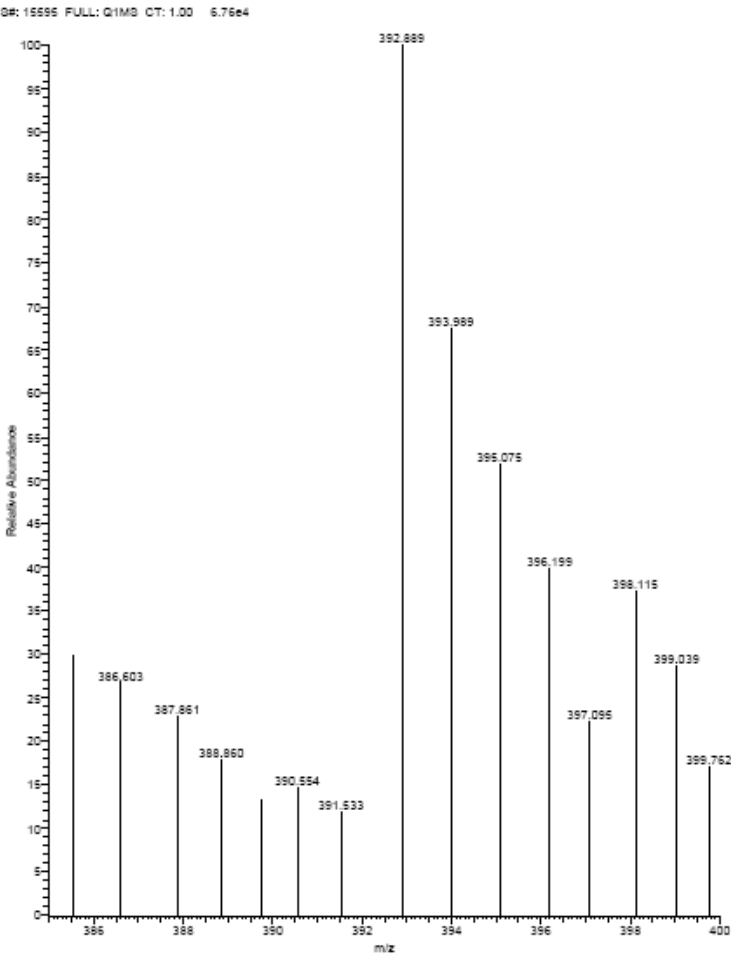
B. Spektrum ^{13}C NMR Ligan (1)



Gambar 3 Spektrum ^{13}C NMR Ligan (*I*)

LAMPIRAN E

Spektrum MS Ligan (*I*)

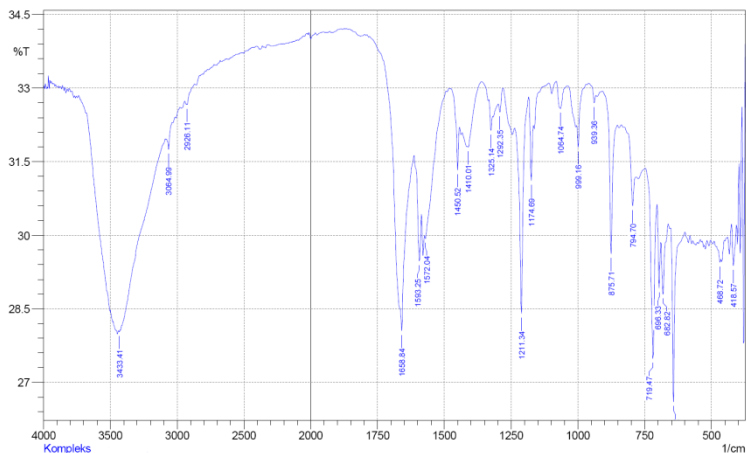


Gambar 4 Spektrum MS Ligan (*I*)

LAMPIRAN F

Spektra FTIR Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	29.377	0.843	424.35	406.99	9.14	0.118
2	468.72	29.446	0.12	462.22	464.86	9.173	0.004
3	642.32	26.604	3.528	653.89	599.88	28.746	0.59
4	682.82	28.8	1.038	689.61	673.18	8.225	0.121
5	696.33	28.921	1.265	702.11	690.54	8.143	0.113
6	719.47	27.485	3.41	746.48	704.04	22.286	0.687
7	794.7	30.599	0.899	825.56	781.2	22.241	0.102
8	875.71	29.619	2.92	906.57	852.56	26.813	0.506
9	939.36	32.7	0.224	958.65	931.65	13.025	0.015
10	999.16	31.792	0.582	1004.95	968.3	17.812	0
11	1064.74	32.582	0.52	1082.1	1037.74	21.431	0.124
12	1174.69	31.113	1.386	1184.33	1166.97	8.61	0.143
13	1211.34	28.405	4.08	1236.41	1186.26	25.351	0.868
14	1292.35	32.504	0.281	1298.14	1280.78	8.422	0.026
15	1325.14	32.133	0.436	1332.86	1319.35	6.613	0.039
16	1410.01	31.802	0.106	1413.87	1361.79	25.386	-0.06
17	1450.02	31.333	1.058	1475.59	1442.8	18.058	0.095
18	1572.04	29.934	0.133	1573.97	1484.88	39.565	0.038
19	1593.25	29.479	1.294	1612.54	1585.54	13.937	0.195
20	1658.84	28.054	4.206	1778.43	1614.47	81.773	2.519
21	2926.11	32.666	0.036	2929.97	2870.17	28.862	-0.023
22	3064.99	31.747	0.323	3078.49	3037.99	20.03	0.056
23	3433.41	28.029	0.033	3439.19	3425.69	7.455	0.003

Gambar 5 Spektrum FTIR Kompleks Co(II) dengan Ligan (*I*)

LAMPIRAN G

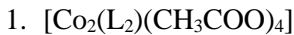
Analisis Penentuan C, H, N Senyawa Kompleks Co(II)

- Hasil analisis penentuan C, H, N kompleks Co(II)

Tabel 1 Hasil Analisis C,H, N kompleks Co(II)

C (%)	H (%)	N (%)
58,20	4,69	14,58

- Perhitungan prediksi rumus molekul kompleks Co(II)



$$\text{Mr} = 1137,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ C} = \frac{56 \times 12}{1137,86} \times 100 \% = 59 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{52 \times 1}{1137,86} \times 100 \% = 4,572 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{12 \times 14}{1137,86} \times 100 \% = 14,76 \%$$



$$\text{Mr} = 1155,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ C} = \frac{56 \times 12}{1155,86} \times 100 \% = 58,14 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{54 \times 1}{1155,86} \times 100 \% = 4,67 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{12 \times 14}{1155,86} \times 100 \% = 14,53 \%$$



$$\text{Mr} = 1173,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ C} = \frac{56 \times 12}{1173,86} \times 100 \% = 57,25 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{56 \times 1}{1173,86} \times 100 \% = 4,77 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{12 \times 14}{1173,86} \times 100 \% = 14,31 \%$$



$$\text{Mr} = 1091,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ C} = \frac{52 \times 12}{1091,86} \times 100 \% = 57,15 \%$$

$$\% \text{ H} = \frac{54 \times 1}{1091,86} \times 100 \% = 4,95 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{12 \times 14}{1091,86} \times 100 \% = 15,39 \%$$



$$\text{Mr} = 1209,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ C} = \frac{56 \times 12}{1209,86} \times 100 \% = 55,54 \%$$

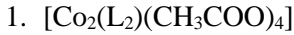
$$\% \text{ H} = \frac{60 \times 1}{1209,86} \times 100 \% = 5 \%$$

$$\% \text{ N} = \frac{12 \times 14}{1209,86} \times 100 \% = 13,89 \%$$

LAMPIRAN H

Analisis Spektroskopi Serapan Atom (AAS)

- Perhitungan % Co prediksi rumus molekul kompleks Co(II)



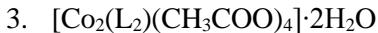
$$\text{Mr} = 1137,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Co} = \frac{89,93 \times 2}{1137,86} \times 100 \% = 10,35 \%$$



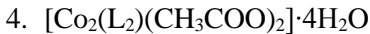
$$\text{Mr} = 1155,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Co} = \frac{58,93 \times 2}{1155,86} \times 100 \% = 10,20 \%$$



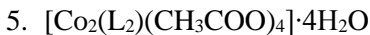
$$\text{Mr} = 1173,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Co} = \frac{58,93 \times 2}{1173,86} \times 100 \% = 10,04 \%$$



$$\text{Mr} = 1091,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Co} = \frac{58,93 \times 2}{1091,86} \times 100 \% = 10,79 \%$$



$$\text{Mr} = 1209,86 \text{ g/mol}$$

$$\% \text{ Co} = \frac{58,93 \times 2}{1209,86} \times 100 \% = 9,74 \%$$

- Perhitungan % Co hasil AAS

Pembuatan larutan standar konsentrasi 100 ppm

$$\begin{aligned} \text{A. Konsentrasi larutan standar konsentrasi 100 ppm} \\ &= 100 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 10 \text{ mg}/100 \text{ mL} \\ &= 0,01 \text{ g}/100 \text{ mL} \end{aligned}$$

B. Pembuatan larutan standar Co

$$Mr \text{ Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 248,93 \text{ g/mol}$$

a. Larutan standar 100 ppm (mg/L)

$$100 \text{ mg/L} = \frac{Ar \text{ Co}}{Mr \text{ Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \times \text{massa}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{58,93}{248,93} \times \text{massa}$$

$$58,93 \times \text{massa} = 24893 \text{ mg/L}$$

$$\text{massa} = 422,42 \text{ mg/L}$$

$$= 0,422 \text{ g/L}$$

$$= 0,02 \text{ g}/50 \text{ mL}$$

b. Pengenceran larutan standar 100 ppm menjadi konsentrasi 10 ppm

$$10 \text{ mg/L}, \quad M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

c. Pengenceran larutan standar 10 mg/L menjadi konsentrasi 0,1 mg/L, 0,25 mg/L, 0,5 mg/L, 1 mg/L dan 2 mg/L

$$\checkmark \quad 0,1 \text{ mg/L}, \quad M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

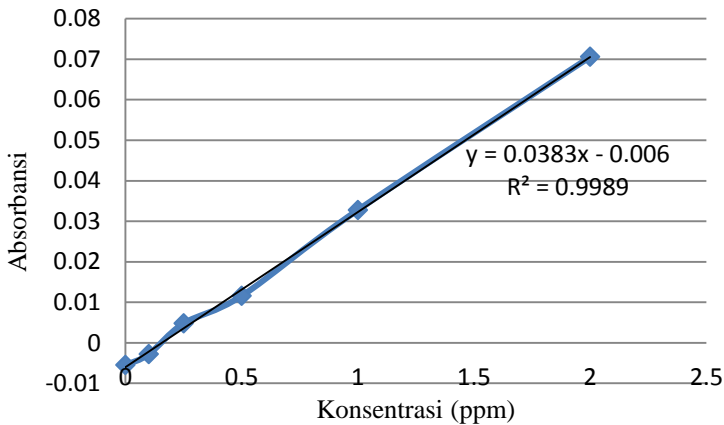
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ ml}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ ml}$$

- ✓ 0,25 mg/L, $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,25 \text{ mg/L} \times 50 \text{ ml}$
 $V_1 = 1,25 \text{ ml}$
- ✓ 0,5 mg/L, $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ ml}$
 $V_1 = 2,5 \text{ ml}$
- ✓ 1 mg/L, $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ ml}$
 $V_1 = 5 \text{ ml}$
- ✓ 2 mg/L, $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$
 $10 \text{ mg/L} \times V_1 = 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ ml}$
 $V_1 = 10 \text{ ml}$

Tabel 2 Data absorbansi Co dalam larutan standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	-0,005
0,1	-0,0028
0,25	0,0048
0,5	0,0116
1	0,0328
2	0,0706



Gambar 6 Kurva Kalibrasi Larutan Standar

Tabel 3 Data Absorbansi Co(II) dalam Larutan Sampel (kompleks Co(II))

Cuplikan	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
Kompleks Co(II)	0,2	0,0026

Persamaan regresi linier:

$$y = ax + b$$

$$y = 0,038x + 0,006$$

Konsentrasi sampel

$$y = 0,038x + 0,006$$

$$0,0026 = 0,038x + 0,006$$

$$x = 0,2$$

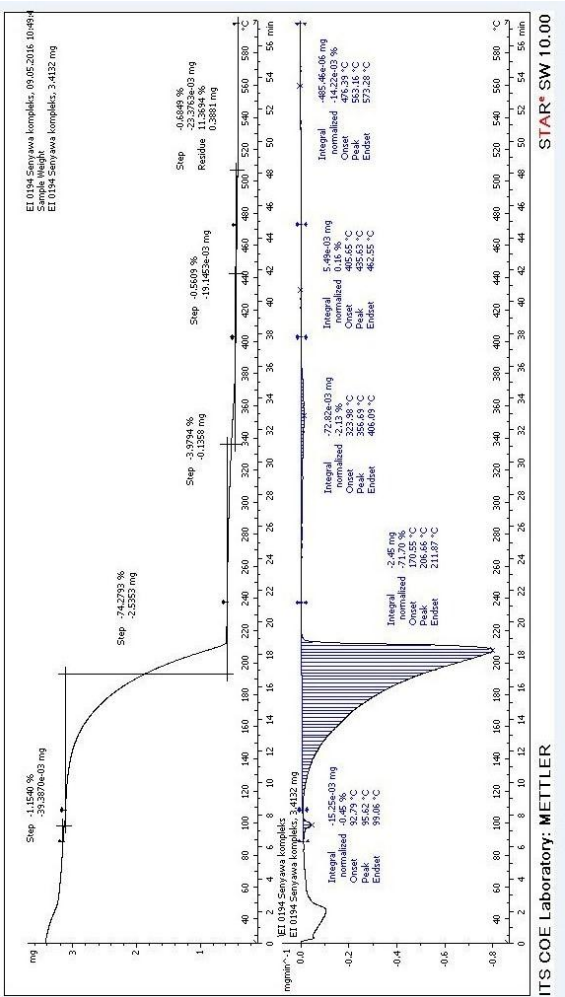
$$\text{massa sampel terukur} = \frac{0,2 \times 1155,86 \times 0,01}{58,93 \times 2} = 0,0196 \text{ mg}$$

Kadar (%) Co dalam sampel

$$\% \text{ Co} = \frac{0,2 \times 0,01}{0,0196} \times 100 \% = 10,20 \%$$

LAMPIRAN I

Analisis TGA Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)



Gambar 7 Hasil TGA Kompleks Co(II) dengan Ligan (I)

Rumus molekul kompleks : $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$

Tahap dekomposisi

1. 105-120 °C

Berat hilang terukur = 1,1540 %



Berat hilang teoritis = $\frac{18}{1155,86} \times 100 \% = 1,5573 \%$

Jadi spesi yang terdekomposissi adalah air kritisal (H_2O)

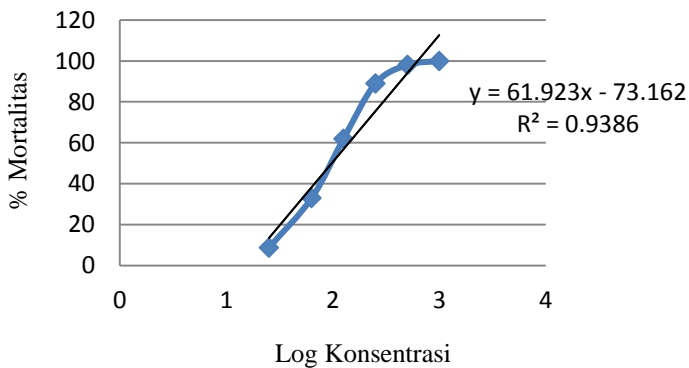
L = (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina

LAMPIRAN I

Perhitungan nilai LC_{50} dengan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*)

Data uji BSLT disajikan pada Tabel 4.9 (Bab IV)

Berdasarkan data pada Tabel 4.9 dibuat kurva BSLT log konsentrasi (sumbu x) terhadap % mortalitas (sumbu y). Kurva dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8 Kurva BSLT

Perhitungan nilai LC_{50} kompleks Co(II) dengan Ligan (6E)-N²-(E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildidin)piridin-2,6-diamina sebagai berikut :

$$y = 61,92x - 73,16$$

dimana, $y = 50$

$$\text{antilog } x = LC_{50}$$

Dengan substitusi nilai 50 sebagai LC_{50} , maka :

$$50 = 61,92x - 73,16$$

$$50 + 73,16 = 61,92x$$

$$135,08 = 61,92x$$

$$x = 2,18$$

$$\text{antilog } x = 151,35 \text{ mg/L (nilai LC}_{50}\text{)}$$

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Ligan (*I*) telah berhasil disintesis menggunakan metode refluks dengan waktu 180 menit. Senyawa kompleks binuklir Co(II) dengan ligan (6E)-N²-((E)-2-(6-aminopiridin-2-ilimino)-1,2-difeniletildin)piridin-2,6-diamina berhasil disintesis menggunakan metode refluks. Kompleks yang didapat berupa kristal jarum berwarna oranye dengan rendemen 72,24 %. Rumus molekul kompleks yang terbentuk yaitu $[\text{Co}_2(\text{L}_2)(\text{CH}_3\text{COO})_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$. Rumus molekul kompleks yang didapat didukung dengan beberapa data analisis dan karakterisasi seperti analisis elemental C,H dan N, analisis AAS, analisis TGA dan karakterisasi spektrofotometri FTIR. Uji toksisitas dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) yang didapat dengan nilai LC_{50} sebesar 151,35 ppm. Nilai LC_{50} tersebut menunjukkan kompleks toksik karena nilai LC_{50} yang didapat di bawah dari standar yaitu 200 ppm.

5.2 Saran

Perlu dilakukan analisis difraksi sinar-X kristal tunggal agar diperoleh prediksi struktur kompleks yang lebih akurat. Selain itu, aktivitas biologis senyawa kompleks perlu dikaji lebih lanjut dengan uji antikanker.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Alwathoni, M. 2011. "*Kompleks Kobalt(II) Piridin-2,6-Dikarboksilat: Sintesis, Karakterisasi dan Uji Toksisitas*". Surabaya : **Tesis ITS**.
- Built, M.P., Ortiz, G.A., Mijangos, E., Sosa, B.L., Barte, S.F., Mora, G.I., Parra, F.A. 2015. "*2,6-Bis(2,6-diethylphenyliminomethyl)pyridine Coordination Compounds with Cobalt(II), Nickel(II), Copper(II) and Zinc(II) : Synthesis, Spectroscopic Characterization, X-ray Study and In Vitro Cytotoxicity*". **Journal of Inorganic Biochemistry**. 142 : 1-7.
- Cotton, F.A. and Wilkinson, G. 1988. "*Advanced Inorganic Chemistry 3th Edition*". New York : **John Wiley and Sons**.
- Cotton, F.A., Wilkinson, G., Gaus, P.L. 1995. "*Advanced Inorganic Chemistry 5th Edition*". New York : **John Wiley and Sons**.
- Dospil, G. 2001. "*Synthesis and Characterization of Imidazol Substituted Arenes as Simple Enzyme-Mimics with Acetyl Transferase Activity*". **Tetrahedron Letter**. 42 : 7837-7840.
- ECOTOX. 2003." *Aquatic records found:6. ECOTOX: Ecotoxicology Database. U.S. Environmental Protection Agency*". [http://www.epa.gov/cgi-bin/ecotox_quick_search] Searched : 18-November-2003.
- Garry, D.C. 1971. "*Analytical Chemistry 2nd Edition*". New York : **John Wiley and Sons**.
- Greenwood, N.N. and Earnshaw. A. 1984. "*Chemistry of the Elements*". Tokyo : **Pergamon Press**.
- Goswami, B., and Arvind, K. S.2012. "*Pharmacological Activities of Benzimidazole Derivatives*". **International Journal of Science Innovations and Discoveries**. 121-136.

- Gudasi, K.B., Patil, S.A., Vadani, R.S., Shenoy, R.V., and Patil, M.S. 2006. "*Synthesis and Spectral Studies of Cu(II), Ni(II), Mn(II), Zn(II), and Cd(II) Complexes of a New Macrocyclic Ligand N,N'-bis(2-benzothiazoly)-2,6-pyridinedicarboxamide*". **Journal Serbian Chemical Society**. 71(5) : 529-542.
- Habashi, F., Shahreer, A.M. 1976. "*Reduction of Binary Sulfate Mixtures Containing CuSO₄ by H₂*". **Journal Chemistry**. 54 : 3651-3657.
- Hendayana, S., Kadarogmah, A., Sumarna, A.A., Supriatna, A. 1994. "*Kimia Analitik Instrumen Edisi Satu*". Semarang : **IKIP Semarang Press**.
- Janiak, C. 2000. "*A Critical Account on π - π Stacking in Metal Complexes with Aromatic Nitrogen-Containing Ligand*". **Chemical Society, DaltonTrans** : 3885-3896.
- Juniart. 2009. "*Kandungan senyawa kimia, uji toksisitas (brine shrimp lethality test) dan antioksidan (1,1-diphenyl-2-pikrilhidrazul) dari ekstrak daun saga (abrus precatorius l.)*". **Makara Sains**, 13: 50-54.
- Jayalakshmi, R. and Rajavel, R. 2015. "*Synthesis and Characterization of Some Novel Schiff Base Metal Complexes : Spectral, XRD, Photoluminescence and antimicrobial Studies*". **Chemical Science Review and Letters**. 4(15) : 851-859.
- JETOC. 1997. "*Mutagenecity Test Data of Existing Chemical Substances Supplement*". Japan : **Japan Chemical Industry Ecology-Toxicology and Information Center**. 119-120.
- Joule J. A. and Millis, K. 2010. "*Heterocyclic Chemistry 5th edition*". Chichester : **Blackwell Publishing**.
- Kallen, R.G., Korpella, T., Martell, A.E., Matsushma, Y., Matzler, C., Morozov, Y., Ralston, I., Savin, F., Toschinsky, Y., Ueno, H. 1985. "*Biomedical Aspects of Histamine: Current Perspectives*". New York : **Wiley**.

- Kealey and Haines. 2002. *"Analytical Chemistry"*. Oxford, UK : **BIOS Scientific Publisher Ltd.**
- Kozlevčar, B., Murn, A., Podlipnik, K. Lah, N., Leban, I., Šegedin, P. 2004. *"Two Types of Pyridine Ligands in Mononuclear and Dinuclear Copper(II) Carboxylates"*. **Croatica Chemica Acta**, 613-618.
- Krygowski, T. M., Szatyowicz, H., Zachara, J. E. 2005. *"How H-Bonding Modifies Molecular Structure and π -Electron Delocalization in the Ring of Pyridine/ Pyridium Derivates Involved in H-Bond Complexation"*. **Journal Organic Chemistry**. 70(22) : 8859-8865.
- Larry, G.H. 1988. *"Analytical Chemistry Principles and Techniques"*. New Jersey : **Prentice Hall Inc.**
- Lewis, R.J. 2002. *"2,6-diaminopyridin Harley's Condensed Chemical Dictionary edition 14th"*. **John Wiley and Sons, Inc.**
- Li, L., Huang, J., Wang, X. 2012. *"Ligand-Controlled Assembly of Cobalt(II) Metal Organic Complexes from Different Semirigid bis(imidazole) Derivates and Aromatic Monocarboxylates : Electrochemical Behavior and Fluorescent Properties"*. **Inorganica Chimica Acta**. 394 : 715-722.
- Lide, D.R. 2009. *"Handbook of Chemistry and Physics 9th edition"*. Boca Raton : **CRC Press**.
- Lison, D., Luawerys, R. 1994. *"Health Risk Associated with Cobalt Exposure-an Overview"*. **Science of the Total Environment**. 150 : 1-6.
- Materazzi, S., Kurdziel, K., Tentolini, U., Balaconi, A., Aquili, S. 2003. *"Thermal Stability and Decomposition Mechanism of 1 Allylimidazole Coordination Compounds : TG-FTIR Study of Co(II), Ni(II), and Cu(II) Hexacoordinate Complexes"*. **Thermochemistry Acta**. 395 : 133-137.
- Mendham, J., Denney, R.C., Barnes, J.D., Thomas, M.J.K. 2000. *"Vogel's Quantitative Chemical Analysis 6th edition"*. New York : **Prentice Hall**.

- Meyer, B.N., Ferrigni, N.R. Putnam, J.E., Jacobsen, L.B., Nichols, D.E., and McLaughlin, J.L.1982. "*Brine Shrimp : A Convenient general Bioassay for Active Plant Constituent*". *Planta Medica*. 45 : 31-34.
- Nakamoto, K. 1986. "*Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds 4th Edition*". New York : **John Wiley and Son**.
- Nurhayati, A.A. N., Febrianto, R. 2006. "*Uji Toksisitas Ekstrak Eucheuma Alvarezii terhadap Artemia Salina sebagai uji pendahuluan potensi antikanker*". **Akta Kimindo**. 2 : 41-46.
- Ogunniran, K.O., Ajanaku, K.O., Janes, O.O., Adekoya, J.A., and Nwinyi, O.C. 2008. "*Synthesis, Characterization, Antimicrobial Activity and Toxicology Study of Some Metal Complexes of Mixed Antibiotics*". **African Journal of Pure and Applied Chemistry**. 2(7) : 69-74.
- Ren, S., Wang, R., Komatsu, K., Krause P.B., Zyrianov, Y., McKenna C. E., Csipke C., Tokes, Z.A., Lien, E. J. 2002. "*Synthesis, Biological Evaluation, and Quantitative Structure-Activity Relationship Analysis of New Schiff Bases of hydroxysemicarbazide as Potential Antitumor Agents*". **Journal Medicinal Chemistry**. 45 : 410.
- Reutzel-Edens. 2004. "*Thermal Methods in the Study of Polymorphs and Solvates*". **Lilly Research Laboratories Eli Lilly and Company Indianapolis**. IN 46285.
- Sandoval, H.L., Lemos M.E.L. and Velasco R.G. 2008. "*Synthesis, structure and biological activities of cobalt(II) and zinc(II) coordination compounds with 2-benzimidazole derivatives*". **ScienceDirect**. 1267–1276.
- Sibilia, P. 1996. "*Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2th Edition*". New York : **John Wiley-VCH**.

- Silverstein, R.M. and Webster, F.X. 1998. "*Spectrometric Identification of Organic Compounds 6th Edition*". New York : **John Wiley & Sons, Inc.**
- Simonsen, L.O., Harbak, H., Bennekou, P. 2012. "*Cobalt metabolism and Toxicology-A Brief Update*". **Science of the Total Environment**. 432 : 210-215.
- Singh, P.D. and Dhakarey, R. 2009. "*Bioinorganic Relevance of Some Cobalt(II) Complexes with Thiophene-2-glyoxal Derived Schiff Bases*". **E-Journal of Chemistry**. 6(1) : 99-105.
- Singh, D.P, Grover, V., Kumar, K., Jain, K. 2011. "*Synthesis and Characterization of Divalent Metal Complexes of the Macrocyclic Ligand Derived from Isatin and 1,2-diaminobenzene*". **Journal the Serbian Chemical Society**. 76(3) : 385-393.
- Singh, D.P. Malik, V., Kumar, K., Sharma, C., Aneja., K.R. 2010. "*Macrocyclic Metal Complexes Derived from 2,6-diaminopyridine and Isatin with Their Antibacterial and Spectroscopic Studies*". **Spectrochimica Acta Part A : Molecular and Biomolecular Spectroscopy**. 76 : 45-49.
- Skoog, A., Douglas, H., James, F. 1997. "*Principles of Instrumental Analysis Fifth Edition*". Australia: Thomas **Learning Inc.**
- Souza, E.T., Maia. P.J.S., Azevedo, E.M., Kaiser, C.R., Resende, J.A.L.C., Pinheiro, C.B., Heinrich, T.A., Silva, R. S. D., Scarpellini, M. 2011. "*A Series of Mononuclear Co(III) Complexes using Tridentate N, O-donor Ligand : Chemical Properties and Cytotoxicity*". **Journal of Inorganic Biochemistry**. 105 : 1767-1773.
- Sugimura, T. Nagao, M. and Wakabayashi, K. 1982. "*Metabolic Aspects of The Comutagenic Action of Norharm*". **Medicinal Biology**. 13B : 1011-1025.
- Usharani, M., Akila, E., Jayaseelan, P., Rajavel, R. 2003. "*Structural Elucidation of Newly Synthesized Potentially Active Binuclear Schiff Base Cu(II), Ni(II), Co(II), and*

- Mn(II) Complexes Using Physicochemical Methods*". **International Journal of Scientific and Engineering Research**. 4 (7) : 1055-1063.
- Varshney, A.K., Varshney, S. and Singh, H.L. 1999. "Synthesis and Characterization Complexes Compound with Pyridin Ligand". **Journal of Inorganic Chemistry**. 29 : 245.
- Viswanathamurthi, P., Natarajan, K. 2006. "Ruthenium(II) Schiff Base : Complexes, Physicochemical, Spectrometric, Microbial and DNA Binding and Cleaving Studies". **International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology**. 36 : 415-418.
- Yadav, L.D.S. 2005. "Organic Spectroscopy". India: **Springer-Science and Business Media**.
- Walker, J.D. 2003. "Personal Communication [e-mail] from John Walker, Ph.D. Director, TSCA Interagency Testing Commite to Marta De Santis, Ph.D. Technical Resources International, Inc". Washington, D.C : **Environmental Protection Agency**.

BIODATA PENULIS



Penulis memiliki nama lengkap Andika Putri Ningtyas, lahir di Tangerang pada 17 Agustus 1994. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Aisyiah Bustanul Alfah (2000), SDN Ngletih-Kandat (2006), SMPN 1 Wates Kediri (2009) dan SMAN 4 Kediri (2012). Pada tahun 2012, penulis diterima di jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya melalui jalur PMDK dan terdaftar dengan NRP 1412100017. Penulis mengambil bidang minat Kimia Bahan Alam dan Sintesis – Sintesis Senyawa Kompleks di bawah bimbingan Dr. Fahimah Martak, M.Si. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis pernah berpartisipasi dalam kegiatan yang diadakan oleh Himpunan Mahasiswa Kimia ITS. Penulis dapat dihubungi melalui andikaputri178@gmail.com.